



**HAL**  
open science

# Influence d'une texturation déformable sur l'adhésion et la friction

Laëtitia Diverchy Dies-Diverchy

► **To cite this version:**

Laëtitia Diverchy Dies-Diverchy. Influence d'une texturation déformable sur l'adhésion et la friction. Physique [physics]. Université Paris Sud - Paris XI, 2015. Français. NNT: 2015PA112217. tel-01274314

**HAL Id: tel-01274314**

**<https://theses.hal.science/tel-01274314>**

Submitted on 15 Feb 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ PARIS-SUD  
ÉCOLE DOCTORALE EDPIF

THÈSE de DOCTORAT

en vue de l'obtention du titre de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ PARIS SUD  
Spécialité : Physique

*présentée par*

Laëtitia DIES-DIVERCHY

---

**Influence d'une texturation déformable  
sur l'adhésion et la friction**

---

soutenue le 25 septembre 2015 devant le jury composé de :

M.	Lionel Bureau .....	Examineur
M.	Antoine Chateauminis .....	Rapporteur
M.	Christophe Derail .....	Rapporteur
Mme	Brigitte Pansu .....	Examineur
M.	Christophe Poulard .....	Co-Directeur
M.	Frédéric Restagno .....	Directeur



*Et la vie elle-même m'a dit ce secret :*  
*"Vois, dit-elle, je suis ce qui doit toujours se surmonter soi-même".*  
*Ainsi parlait Zarathoustra, Nietzsche (1844-1900)*



## Remerciements

Ce doctorat a été réalisé au Laboratoire de Physique des Solides à Orsay où j'y ai passé presque quatre ans. Il y a de nombreuses personnes que je souhaite remercier pour m'avoir aidé tout au long de mon doctorat et je m'excuse par avance si j'en oublie. Je souhaite tout d'abord remercier Dominique Chandesris et RAVY Sylvain de m'avoir accueillie au laboratoire.

Je remercie le jury de mon doctorat d'avoir accepté d'en faire partie et d'avoir jugé mon travail. Un merci particulier aux rapporteurs pour avoir évalué mon travail durant le mois d'août.

Un grand merci à Christophe Poulard et Frédéric Restagno pour avoir dirigé ce doctorat, pour avoir cru aux expériences et m'avoir empêché de les refaire 5 fois. Et pour m'avoir aidé à rédiger ce manuscrit, compliqué à relire. Merci à Liliane Léger pour avoir encadré ce doctorat également. Je remercie aussi Stéphanie, Alexis, Pauline, Marceau et Sandrine pour leur aide et également tous les stagiaires qui ont contribué à certaines expériences durant cette thèse. Pour développer certaines expériences, plusieurs personnes de l'équipe Elinstu, des services mécaniques et administratifs ont été sollicités et je les remercie pour leur aide. Merci à Benjamin et Santano de m'avoir aidé pour fabriquer les *Quantum Dots*. Je remercie aussi Raphaël pour son aide avec le MEB et l'évaporateur. J'ai eu la chance, durant le doctorat, de pouvoir faire le monitorat enseignement à Polytech. Je tiens donc à remercier les personnes qui m'ont aidé pour obtenir ce service et aussi Claude, Pascal, Alain, Miguel, Sébastien et Fabien pour leur aide à la préparation des TP/TD. Pour finir, je remercie René et Hector pour toutes les discussions qu'on a eu et pour leur aide.

Je continue ces remerciements par les personnes qui m'ont soutenue jusqu'à maintenant en commençant par ceux qui m'ont vu grandir. Un grand merci à mes parents, pour leur amour et pour m'avoir permis de faire mes études dans les meilleures conditions. J'ai une pensée toute particulière pour ma mère qui m'a laissé partir à Orsay malgré sa peur de me voir monter dans le nord (rassure toi, je monte encore plus loin après... mais je t'aime quelque soit la distance qui nous sépare). Merci à mon frère, pour ses blagues disons..."intéressantes" et grâce à qui (ou à cause de qui, cela dépend du point de vu) nous ne sommes pas trois. Merci à Pauline (ma future belle soeur) et à Michel pour leur soutien. Merci à mes grands-parents maternels, à ma grand-mère adoptive, à mes marraines pour leur amour et leurs bons conseils. Merci à mes cousines/cousins, à mes tantes/oncles, à mon parrain et à ma famille de Paris pour leur soutien et leur aide quand je me suis retrouvée dans le nord (enfin à Paris car maintenant je sais ce qu'est le "vrai" nord). Et merci à ma belle famille pour leur soutien.

Un grand merci à mes amis pour tous les moments passés ensemble. Merci à Gwenaëlle et Lauriane pour nos longs appels et échanges de mails. Merci à Stéphanie, Sophie et Chaï pour tous les moments passés ensemble, leur hospitalité et leur aide pendant les périodes "sombres". Je ne peux pas écrire ces remerciements sans faire un crochet par le Magistère. Merci à eux pour toutes les soirées et les délires qu'on a eu ensemble (ils se reconnaîtront). Enfin, merci à Annaël, à Fanny, à Yaëlle, Mathilde et Sara pour leur présence et soutien.

On garde toujours le meilleur pour la fin, c'est pourquoi mes derniers remerciements se tournent vers la personne avec qui je partage ma vie et qui l'embellit jour après jour. Merci pour tout : ton soutien, nos querelles (qui rendent notre vie moins monotone), pour Lily (malgré ta petite allergie) et surtout pour ton amour.



# Table des matières

<b>Introduction générale</b>	<b>13</b>
<b>I Généralités et matériaux</b>	<b>17</b>
I.1 Quelques notions utiles de physique	17
I.1.1 Théorie de l'élasticité linéaire	17
I.1.2 Des polymères aux élastomères	18
I.1.3 Adhésion et adhérence	20
I.1.4 Friction solide	21
I.2 Matériaux utilisés et fabrication des échantillons	22
I.2.1 Elastomère modèle : Sylgard <sup>®</sup> 184	22
I.2.2 PDMS-OH	23
I.2.3 PMMA	24
I.2.4 Résine modèle : Araldite <sup>®</sup> optique 2020	25
I.2.5 Fabrication des lentilles	25
I.2.6 Fabrication des surfaces texturées	28
I.2.7 Surfaces texturées en résine	31
I.3 Conclusion	31
<b>A Adhésion aux interfaces texturées</b>	<b>33</b>
<b>II État de l'art</b>	<b>39</b>
II.1 Mécanique du contact élastique sans frottement	39
II.1.1 Mécanique du contact entre sphères élastiques : théorie de Hertz	39
II.1.2 Indentation d'un demi-espace élastique : Théorie de Boussinesq	40
II.1.3 Mécanique du contact adhésif : théorie JKR	42
II.2 Mécanique du contact adhésif et rugosité	44
II.2.1 Diminution de l'adhésion en présence de rugosité	45
II.2.2 Augmentation de l'adhésion avec la rugosité	45
II.2.3 Régime mixte : diminution ou augmentation de l'adhésion	46
<b>III Dispositif expérimental : le test JKR</b>	<b>49</b>
III.1 Le dispositif expérimental	49
III.2 Principes	50
<b>IV Résultats expérimentaux</b>	<b>55</b>
IV.1 Cas de référence : lentille lisse/surface lisse	55
IV.2 Lentille lisse/surface texturée : Expériences de charge	56
IV.2.1 Transition de contact : Définition d'une force seuil	57
IV.2.2 Évolution de la force en fonction du rayon de contact	59
IV.3 Lentille lisse/surface texturée : Expériences de décharge	62
IV.3.1 Contact posé	62



IV.3.2	Contact mixte . . . . .	63
IV.4	Conclusion . . . . .	65
<b>V</b>	<b>Analyses des résultats et discussions . . . . .</b>	<b>67</b>
V.1	Description de la mécanique du contact lors de la charge . . . . .	67
V.1.1	Force seuil $F_c$ . . . . .	67
V.1.2	Évolution du contact intime après le seuil . . . . .	71
V.2	Énergies d'adhésion . . . . .	75
V.2.1	Première analyse énergétique . . . . .	75
V.2.2	Prise en compte des effets de couches minces . . . . .	77
V.2.3	Adaptation du modèle de C.Tardivat . . . . .	79
V.2.4	Pour aller plus loin. . . . .	82
<b>B</b>	<b>Friction aux interfaces texturées . . . . .</b>	<b>87</b>
<b>VI</b>	<b>État de l'art . . . . .</b>	<b>93</b>
VI.1	Friction solide : lois empiriques de Coulomb-Amontons . . . . .	93
VI.2	Modélisation d'un contact glissant : les surfaces élastiques et la rugosité . . . . .	94
VI.2.1	Loi de Tabor pour les élastomères . . . . .	94
VI.2.2	Le paradoxe de la friction . . . . .	94
VI.2.3	Modèle de Greenwood-Williamson : aspect statistique des contacts . . . . .	95
VI.2.4	Modèle des « nanoblocs » de Personn . . . . .	96
VI.3	Expériences : friction d'un monocontact . . . . .	97
VI.3.1	Expériences à sondes nanométriques . . . . .	97
VI.3.2	Expériences à sondes microscopiques et macroscopiques . . . . .	99
VI.4	Expériences : friction d'un multicontact élastique pur . . . . .	100
<b>VII</b>	<b>Dispositif expérimental : le test de friction . . . . .</b>	<b>103</b>
VII.1	Description générale . . . . .	103
VII.2	Protocole expérimental . . . . .	104
VII.2.1	Définition de la ligne de base . . . . .	104
VII.2.2	Choix de la vitesse de glissement . . . . .	105
VII.2.3	Épaisseur des échantillons . . . . .	106
VII.2.4	Différence de comportement aux interfaces PDMS/air et PDMS/PMMA lors de la réticulation . . . . .	106
<b>VIII</b>	<b>Résultats expérimentaux . . . . .</b>	<b>109</b>
VIII.1	Cas du contact lisse . . . . .	109
VIII.1.1	Évolution du contact . . . . .	109
VIII.1.2	Contrainte de cisaillement pour un contact lisse . . . . .	110
VIII.2	Cas du contact texturé . . . . .	110
VIII.2.1	Nature du contact . . . . .	110
VIII.2.2	Évolution de la force tangentielle en contact posé . . . . .	113
VIII.2.3	Évolution de la force tangentielle en contact mixte . . . . .	114
VIII.3	Conclusion . . . . .	115
<b>IX</b>	<b>Analyses des résultats et discussions . . . . .</b>	<b>117</b>
IX.1	Contrainte de cisaillement d'un contact posé . . . . .	117
IX.1.1	Influence de l'espacement centre à centre $i$ . . . . .	117
IX.1.2	Influence du diamètre des plots $d$ . . . . .	118
IX.1.3	Influence de la hauteur des plots $h$ . . . . .	119
IX.1.4	Influence du rayon de courbure $R$ . . . . .	121

IX.1.5	Évolution non linéaire de la force tangentielle . . . . .	121
IX.1.6	Comparaison avec les données expérimentales . . . . .	123
IX.2	La contrainte de cisaillement en contact mixte . . . . .	124
<b>Conclusion générale . . . . .</b>		<b>131</b>
<b>Annexes</b>		<b>133</b>
A.1	<b>Fabrication des <i>Quantum dots</i> . . . . .</b>	<b>135</b>
I.1	Fabrication des <i>quantums dots</i> . . . . .	135
I.2	Étude préliminaire . . . . .	137
A.2	<b>Calcul de la concentration des contraintes sur le sommet des plots . . . . .</b>	<b>139</b>
A.3	<b>Début de calcul détaillé de la force de friction . . . . .</b>	<b>141</b>
A.4	<b>Réalisation d'un quadrillage métallique plan sous-jacent à l'interface et étude préliminaire . . . . .</b>	<b>143</b>
IV.1	Réalisation d'un quadrillage métallique plan sous-jacent à l'interface . . . . .	143
IV.2	Étude préliminaire . . . . .	145
<b>Bibliographie</b>		<b>150</b>



## Abréviations usuelles

$a_B, a_H$	Rayon de contact respectivement de Boussinesq et de Hertz.
$a$ ou $a_a$	Rayon de contact ou rayon de contact apparent.
$a_i$ et $a_r$	Rayon de contact intime et réelle.
$A_a, A_r$ et $A_i$	Aire de contact respectivement apparent, réelle et intime.
$A$	Amplitude du rapport $a_i/a_a$ au seuil.
$\delta$	Enfoncement de la lentille.
$\delta_p$	Compression d'un plot.
$d$	Diamètre des plots cylindriques.
$h$	Hauteur des plots cylindriques.
$i$	Espacement centre à centre entre les plots cylindriques.
$\xi_j, \xi^c$	Indentation du matériau $j$ entre les plots (sans et avec couplage).
$E_j$	Module élastique du matériau $j$ .
$E_j^*$	Module élastique réduit du matériau $j$ .
$f_c$	Fonction de couplage.
$F_c$	Force normale seuil de transition entre le contact posé et mixte.
$F_n$ ou $F$	Force normale.
$F_B$ et $F_H$	Force normale respectivement de Boussinesq et de Hertz.
$F_t$	Force de friction.
$G'$	Module de cisaillement.
$G$	Taux de restitution de l'énergie d'adhésion.
$G_l$	Taux de restitution de l'énergie d'adhésion d'un contact lisse.
$G_{\text{eff}}$	Énergie d'adhésion effective lors de la décharge.
$K$	Module élastique effectif d'un système.
$\nu$	Coefficient de Poisson (0.5 pour le PDMS).
$\phi$	Densité surfacique de plots
$R$	Rayon de courbure d'une lentille.
$\sigma$	Contrainte normale.
$\tau$	Contrainte tangentielle (ou de cisaillement).
$W$	Travail thermodynamique d'adhésion.
$W_l$	Travail thermodynamique d'adhésion d'un contact lisse.
$W_{\text{eff}}$	Énergie d'adhésion effective lors de la charge.



## Introduction générale

La rugosité des surfaces mises en contact a de nombreuses conséquences dans la vie de tous les jours. En effet, quand on cherche à coller des surfaces, on est amenés à les poncer si elles sont trop rugueuses ou si elles sont trop lisses. Ainsi, comprendre le rôle de la rugosité de surface sur la formation d'un contact, sur l'adhésion, sur la friction ou sur la lubrification a une importance capitale dans de nombreuses applications pratiques. Le rôle des rugosités est *a priori* complexe en lui-même : les rugosités sont un lieu de concentration des contraintes mécaniques. Elles sont souvent déformables (plastiquement ou élastiquement) et peuvent conduire à stocker de l'énergie élastique. L'échelle des rugosités joue aussi un rôle important dans l'étude de ces phénomènes : il est bien connu qu'une rugosité micrométrique diminue de façon très importante l'adhésion d'une balle de caoutchouc sur une surface métallique, mais une rugosité aussi petite que quelques nanomètres, empêchera l'adhésion de deux surfaces de silicium. Dans de nombreuses situations réelles, les échelles spatiales des rugosités sont largement réparties rendant les analyses complexes. La prise en compte de ces différentes échelles passe dans de nombreuses situations par un modèle classique de rugosités auto similaires. La détermination des contacts est alors statistique et parfois complexe et conduit à des discussions nombreuses sur la pertinence de tel ou tel modèle. Néanmoins, dans certaines situations issues de la nature, les formes des rugosités sont plus simples, périodiques, avec des rapports d'aspects variables suivant les animaux rencontrés. L'animal le plus connu possédant une rugosité contrôlée au niveau de ses pattes est le gecko (voir figure 1). Cette rugosité lui permet d'augmenter l'énergie d'adhésion entre ses pattes et la surface de contact pour pouvoir s'agripper aux murs par exemple. Dans ces situations, la géométrie des rugosités affecte aussi beaucoup les propriétés d'adhésion ou de friction. Ceci fixe le cadre général de ce travail de thèse.



FIGURE 1 – Photo du gecko et de la rugosité contrôlée de ses pattes [1].

Ce manuscrit traite d'une étude sur l'influence d'une texturation de surface sur les propriétés d'adhésion et de friction aux interfaces polymères. Quand deux solides élastiques entrent en contact, les forces qui s'exercent au niveau moléculaire entre les deux matériaux déterminent, à l'échelle macroscopique, les valeurs de forces nécessaires à la rupture du contact. Cela se traduit au niveau énergétique sur le travail thermodynamique d'adhésion  $W$  lors de la formation quasi statique du contact et sur le taux de restitution de l'énergie d'adhésion  $G$  lors d'une dynamique de rupture du contact qui représente l'énergie par unité de surface à fournir au système lors de la séparation d'une interface. L'influence d'une texturation, même modèle, sur ces deux grandeurs est encore mal déterminée malgré de nombreuses études récentes. Nous avons choisi de tester ces grandeurs au travers d'une expérience de compression entre une lentille sphérique et un substrat plan portant la texturation de surface. L'intérêt d'une géo-

métrie sphère / plan est de s'affranchir des problèmes de parallélismes qui peuvent conduire à des biais expérimentaux. Les deux matériaux sont réalisés en élastomère (du PDMS pour la lentille et du PDMS ou une résine époxy pour les substrats texturés). La mécanique sous sollicitation normale de ce type de contact a été développée par Hertz en 1882 et complétée plus récemment par Johnson, Kendall et Roberts (JKR) en 1971 pour tenir compte de l'adhésion à l'interface.

La structure de ce manuscrit est naturelle. Après un rappel non exhaustif des notions de physique utiles à la compréhension du manuscrit et des différents matériaux utilisés pour la fabrication des échantillons, ce manuscrit se divise en deux parties.

Nous détaillerons dans la première partie, l'influence d'une texturation de surface sur les propriétés d'adhésion. Un premier état de l'art sera résumé rappelant les théories de Hertz, JKR mais également des expériences et modèles plus récents sur l'influence d'une texturation de surface pour avoir une vue d'ensemble des différentes études actuelles sur le sujet. Nous détaillerons ensuite le dispositif expérimental choisi pour étudier les propriétés d'adhésion puis l'ensemble des résultats obtenus avec ce dispositif. Nous finirons cette partie par une analyse des résultats au niveau mécanique du contact dans un premier temps puis en termes d'énergies d'adhésion dans un second temps.

Après cette partie sur l'influence d'une texturation sur les propriétés d'adhésion où le mode de sollicitation est un mode normal à l'interface, nous nous intéressons dans une seconde partie à l'autre mode de sollicitation de l'interface correspondant au mode de sollicitation tangentielle où les deux matériaux frottent l'un sur l'autre. Ceci constitue la base de l'étude de la friction. Les propriétés de frottement entre les solides sont utilisées depuis la préhistoire. Les Égyptiens sont les premiers pour lesquels nous disposons de traces de moyens développés pour diminuer les forces de friction. Puis, c'est au XVI<sup>e</sup> siècle que Léonard De Vinci fit les premières expériences sur la friction entre deux solides au niveau macroscopique afin d'en tirer des lois quantitatives. Il faut attendre le XVII<sup>e</sup> siècle pour qu'Amontons fasse des expériences plus poussées et énonce les premières lois empiriques d'évolution de la force de friction et pour que Coulomb complète ces lois empiriques, dites de Coulomb-Amontons, en observant que la force de friction est indépendante de l'aire apparente de contact. Ces lois sont aujourd'hui toujours utilisées pour la description de la friction entre deux solides en contact au travers d'un paramètre bien connu sur les bancs de l'université en première année de licence : le coefficient de friction. Les origines physiques de toutes ces lois ne sont toujours pas élucidées mais plusieurs chercheurs ont cependant montré que la friction ne dépendait pas de l'aire apparente de contact mais de l'aire réelle de contact. La seconde partie débutera donc par un premier chapitre d'état de l'art en détaillant les différents modèles existants sur la friction solide en présence de rugosités diverses et variées. Puis, nous détaillerons des expériences récentes de friction sur des matériaux déformables présentant un contact unique entre les deux matériaux. Le deuxième chapitre sera consacré à la présentation du dispositif expérimental choisi pour étudier les propriétés de friction. Les résultats expérimentaux et l'analyse de ces derniers seront présentés dans deux chapitres distincts.







# Chapitre I

## Généralités et matériaux

Comme il a été dit dans l'introduction, l'objectif de cette thèse est de mieux comprendre le rôle de la texturation de surface sur les propriétés d'adhésion et de friction entre une sphère déformable et une surface texturée déformable (du même matériau que la lentille) ou non. Les matériaux utilisés sont des matériaux polymères. Ils permettent de fabriquer des surfaces élastiques ou solides avec des propriétés mécaniques et adhésives intéressantes et connues. Facile d'utilisation, la fabrication de surfaces de formes différentes et avec des rugosités de surface contrôlées peut être faite aisément. On peut aussi modifier les propriétés mécaniques et les propriétés de surface des matériaux.

Ce chapitre commence par une présentation très générale des notions de physique utiles pour la suite : élasticité, physique des polymères, adhésion et friction, avant de décrire dans un deuxième temps les matériaux utilisés. Les quatre polymères utilisés sont le Sylgard<sup>®</sup> 184, le PDMS-*OH*, le PMMA et l'Araldite<sup>®</sup> 2020. Ils ont servi à fabriquer tous les échantillons. Le Sylgard<sup>®</sup> 184 est un polymère industriel utilisé pour avoir des surfaces élastiques, l'Araldite<sup>®</sup> 2020 est aussi un polymère industriel, utilisé pour avoir des surfaces texturées rigides. Le PDMS-*OH* a été utilisé pour modifier l'énergie de surface de certaines surfaces en venant l'adsorber afin d'avoir des propriétés adhésives identiques à celles du Sylgard<sup>®</sup> 184. Finalement, le PMMA permet la fabrication de la géométrie des surfaces texturées. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la description de la fabrication des échantillons utilisés lors des expériences.

### I.1 Quelques notions utiles de physique

#### I.1.1 Théorie de l'élasticité linéaire

La théorie de l'élasticité linéaire est une petite partie d'une description plus générale, appelée mécanique des milieux continus, permettant de décrire l'évolution d'un corps solide sous l'action d'une contrainte extérieure. Ici, nous introduirons la théorie de l'élasticité linéaire au travers du cas simple d'une sollicitation uniaxiale [2].

Tout d'abord, on parle d'élasticité dans le cas de très petites déformations pour lesquelles le comportement du matériau est réversible. Cela signifie que si la contrainte appliquée est relâchée, le matériau retrouve son état initial sans hystérèse tel un ressort soumis à de faibles forces. L'élasticité linéaire est le domaine de la relation contrainte-déformation où la contrainte reste proportionnelle à la déformation (loi de Hooke).

La déformation  $\epsilon$  est définie par le rapport  $(l - l_0) / l_0$  (voir figure I.1). En contrainte plane, par exemple, le coefficient de proportionnalité entre une contrainte de traction  $\sigma$  et la déformation est le module de traction  $E$  appelé aussi module de Young. La loi de Hooke s'écrit alors :

$$\sigma = E\epsilon \tag{I.1}$$

Cette relation ressemble formellement à la relation force/déplacement d'un ressort ( $F = k\Delta x$ ) où  $k$  est la raideur du ressort. Dans le cas de déformations planes, on doit remplacer le module de Young par le module élastique réduit  $E^* = E / (1 - \nu^2)$  où  $\nu$  est le coefficient de Poisson.

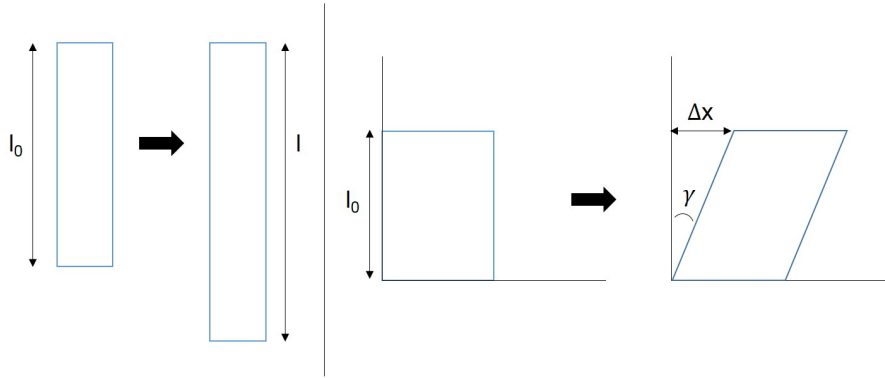


FIGURE I.1 – Définition des différents modes de déformations selon les contraintes appliquées. À gauche : traction simple et à droite : cisaillement pur.

Dans un mode de sollicitation tangentielle à une des interfaces du matériau appelé cisaillement pur, la déformation  $\gamma$  est définie par le rapport  $\Delta x/l_0$  où  $\Delta x$  est la distance cisailée et  $l_0$  la hauteur initiale du matériau (voir figure I.1). La contrainte sera alors appelée contrainte de cisaillement et notée  $\tau$ . En contrainte plane, ce coefficient est le module de cisaillement  $G'$ . La loi de Hooke s'écrit alors :

$$\tau = G' \gamma \quad (\text{I.2})$$

Il existe un lien direct entre le module de Young et le module de cisaillement au travers du coefficient de Poisson  $\nu$  suivant la relation :

$$E = 2(1 + \nu) G' \quad (\text{I.3})$$

### I.1.2 Des polymères aux élastomères

#### Généralités sur les polymères

Un polymère est une macromolécule, c'est-à-dire une molécule constituée de la répétition d'une petite molécule appelée monomère (voir figure I.2). Quand l'assemblage des monomères est linéaire, la macromolécule est appelée une chaîne linéaire. Pour illustrer ces propos, prenons comme exemple le polymère utilisé le plus souvent durant ce doctorat, le polydiméthylsiloxane ou PDMS. Sa formule chimique générale est  $-(\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2)_N-$  où  $N$  est le nombre de répétitions de l'unité polymère appelé aussi nombre de monomères. Le PDMS le plus souvent utilisé dans ce manuscrit est triméthyl terminé c'est-à-dire que chaque extrémité de la chaîne se termine par un groupement  $\text{CH}_3$  mais nous avons aussi utilisé des PDMS-*OH* qui sont en fait des PDMS dont les extrémités sont constituées de groupements *OH*.

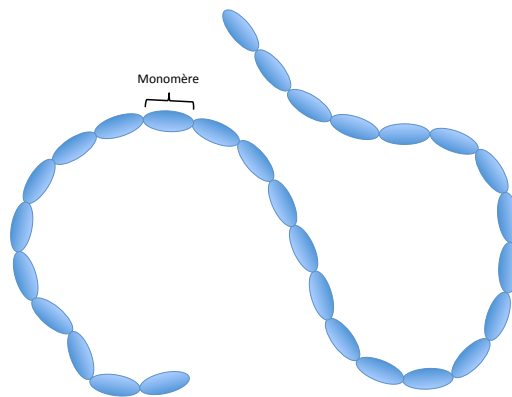


FIGURE I.2 – Représentation schématique d'une chaîne homopolymère.

À l'état liquide, s'il est pur, on parle de fondu de polymères. Lorsque le polymère est en présence d'un solvant, on parle de solution de polymères. Dans un fondu de polymères, les propriétés physiques dépendent beaucoup de la longueur de la chaîne de polymère. Les polymères étant obtenus par synthèse de petites molécules, la distribution de masse molaire (DMM) n'est pas une simple fonction de Dirac et la distribution des tailles des polymères se fait au travers de grandeurs statistiques. Il existe plusieurs grandeurs moyennes disponibles et les deux plus courantes sont la masse molaire moyenne en nombre, notée  $\overline{M}_n$  et la masse molaire moyenne en poids, notée  $\overline{M}_w$ . Elles sont définies par :

$$\overline{M}_n = \frac{\int n(M)M dM}{\int n(M)dM} \quad (\text{I.4})$$

$$\overline{M}_w = \frac{\int n(M)M^2 dM}{\int n(M)M dM} \quad (\text{I.5})$$

avec  $n(M)dM$  la probabilité qu'une macromolécule de l'échantillon ait une masse molaire entre  $M$  et  $M + dM$ . Le rapport de ces deux masses, appelé indice de polydispersité, qui est toujours supérieur à 1, est défini par :

$$I_p = \frac{M_w}{M_n} \quad (\text{I.6})$$

Il est un bon indicateur de la dispersion de taille des chaînes de polymère. Un polymère est souvent considéré comme monodisperse si  $I_p < 1.05$ . À titre d'exemple, il est courant d'avoir au niveau industriel des  $I_p$  de l'ordre de 2 à 10 voire plus. On parle alors de polymère polydispense.

### Généralités sur les élastomères

Les élastomères sont des réseaux réticulés de chaînes de polymère liées chimiquement les unes aux autres (figure I.3) en des sites nommés ponts ou noeuds.

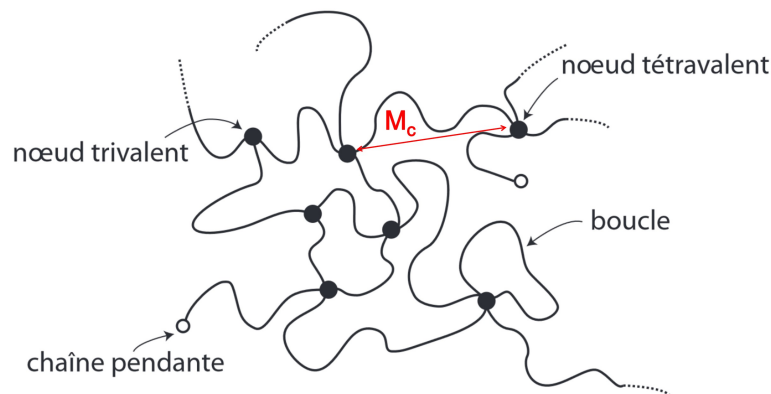


FIGURE I.3 – Schématisation de la réticulation des polymères [3].

La masse entre les points de réticulation (ponts ou noeuds) est notée  $M_c$  et le nombre de monomères entre ces points est noté  $N_c$ . En pratique, un réseau présente une distribution de masse entre les points de réticulation. Par conséquent,  $M_c$  représente plutôt la moyenne de cette distribution. Un noeud peut relier  $f$  chaînes de polymère où  $f$  est la fonctionnalité du noeud.

Lors de la réticulation, toutes les chaînes de polymère ne s'attachent pas au réseau. Il peut rester quelques chaînes, dites libres, au sein du réseau lui conférant des propriétés viscoélastiques. On peut choisir d'extraire ces chaînes par plusieurs lavages successifs dans un bon solvant si la composante visqueuse est trop importante. Il peut également y avoir des chaînes qui ne sont pas attachées à leur extrémité ou qui sont attachées par leurs deux extrémités au même noeud. On obtient alors un morceau de chaîne pendante (ou une boucle) pouvant également contribuer à augmenter la composante visqueuse de la réponse mécanique du matériau.

Un réseau parfait, c'est-à-dire purement élastique, ne présente ni de chaîne pendante, ni de boucle, ni de chaîne libre et possède une fonctionnalité supérieure à 2. Pour considérer un matériau purement élastique, on peut regarder le rapport entre son module élastique et son module visqueux<sup>1</sup> déterminé au travers de mesures de rhéologie.

### Élasticité des polymères et des élastomères

Une étude thermodynamique de l'origine de l'élasticité des solides indique que pour des matériaux « classiques », la déformation induit une augmentation importante de l'énergie interne mais l'entropie du système n'est pratiquement pas modifiée puisque les atomes s'écartent peu de leurs positions d'équilibre. On parle donc d'élasticité enthalpique. Dans le cas des polymères, dans le régime caoutchoutique, ou pour des élastomères au-dessus de la transition vitreuse<sup>2</sup>, de par le grand nombre de configurations accessibles d'une chaîne pour une énergie donnée, l'élasticité des polymères est dominée par l'entropie, on parle alors d'élasticité entropique. Pour des petites déformations, le module élastique  $E$  des polymères sur le domaine caoutchoutique vaut :

$$E = \frac{3\rho RT}{M_e} \quad (\text{I.7})$$

Dans le cas des élastomères, cette expression est identique mais il faut remplacer la masse molaire entre enchevêtrement  $M_e$  par la masse entre nœuds  $M_c$ .

Le module élastique des polymères ne dépend donc pas de la longueur totale des chaînes mais de la distance entre enchevêtrements. Cette grandeur est une donnée intrinsèque du polymère et vaut, pour le PDMS, 12 kg/mol à 25°C [4] soit un module élastique  $E \simeq 600$  kPa. Dans le cas des élastomères, on peut obtenir aisément un module élastique de l'ordre du MPa.

Ainsi, les élastomères présentent à l'échelle macroscopique des propriétés de solides élastiques alors qu'à l'échelle moléculaire les monomères fluctuent comme dans un liquide. Quand on a un système réticulé pour lequel les mouvements monomériques sont figés, on parle de matériaux thermodurcissables ou de résines. Leurs modules élastiques sont alors beaucoup plus importants et de l'ordre du GPa.

#### I.1.3 Adhésion et adhérence

L'adhésion et l'adhérence sont deux notions très proches, c'est pourquoi il faut correctement les définir. L'adhésion concerne l'ensemble des phénomènes physiques et/ou chimiques qui prennent naissance lorsque deux surfaces sont mises en contact. L'énergie par unité de surface décrivant le système est le travail thermodynamique d'adhésion  $W$ . L'adhérence est l'énergie à fournir par unité de surface lors de la séparation d'une interface. On parle alors du taux de restitution de l'énergie d'adhésion notée  $G$ . C'est la résistance lors de la séparation d'un ensemble en prenant en compte toutes les dissipations au sein du système.

#### Travail thermodynamique d'adhésion $W$

Le type d'adhésion développé ici est dû aux forces de Van Der Waals entre deux matériaux élastiques. Le travail thermodynamique d'adhésion  $W$  est lié à l'énergie de surface (tension de surface)  $\gamma$  qui est l'énergie libre nécessaire pour augmenter la surface d'un corps d'une unité d'aire [5]. La tension de surface est une énergie par unité de surface exprimant le fait qu'une molécule au voisinage de la surface est dans une situation énergétiquement moins favorable que dans le volume car elle n'est plus complètement entourée par d'autres molécules qui lui sont semblables. L'énergie interfaciale  $\gamma_{ij}$  entre deux corps de nature différente est la variation d'énergie libre associée à l'augmentation d'aire de contact entre ces corps. Ainsi, le travail thermodynamique d'adhésion  $W$  entre deux surfaces peut être vu, comme cela est illustré sur la figure I.4, comme l'énergie à fournir (par unité d'aire) pour créer deux

1. Le module visqueux est le paramètre qui permet de se rendre compte du temps d'écoulement d'un matériau. Plus le module est grand, plus le matériau met du temps à s'écouler.

2. Transition entre l'état solide vitreux et l'état caoutchoutique des polymères.

interfaces fraîches d'énergie surfacique respective  $\gamma_i$  et  $\gamma_j$  tout en supprimant une interface d'énergie surfacique  $\gamma_{ij}$  :

$$W_{ij} = \gamma_i + \gamma_j - \gamma_{ij} \quad (\text{I.8})$$

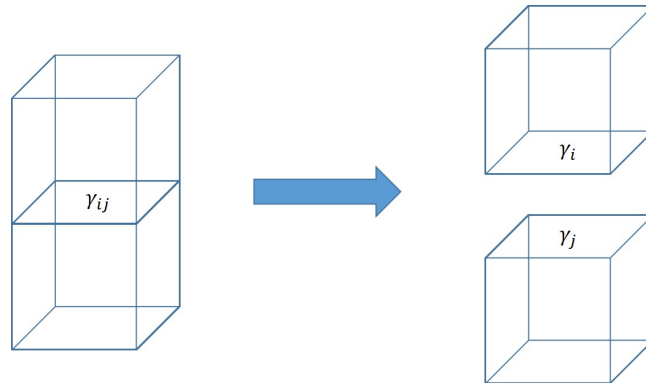


FIGURE I.4 – Représentation schématique du travail thermodynamique d'adhésion.

Pour deux objets identiques en contact, le travail thermodynamique d'adhésion est réversible et vaut uniquement le double de l'énergie de surface :  $W_{ii} = 2\gamma_i$  puisque l'énergie interfaciale  $\gamma_{ii}$  est nulle.

### Taux de restitution de l'énergie d'adhésion $G$

Ce taux de restitution d'énergie d'adhésion tient compte de l'adhésion dans le système mais aussi de tout ce qui peut dissiper de l'énergie suite à cette adhésion. Il peut s'écrire sous la forme :

$$G = W(1 + f(v)) \quad (\text{I.9})$$

où  $f(v)$  est une fonction de la vitesse de détachement.  $f(v)$  peut avoir différentes origines. Pour des polymères, il peut y avoir de la scission des chaînes de polymère au niveau de la fracture (modèle de H.R.Brown [6]), il peut également y avoir désenchevêtrement des chaînes de surface (modèle de P.-G. de Gennes [7]) ou encore de la dissipation plastique dans la zone de Dugdale proche de la tête de fracture où la contrainte diverge (modèle de Griffith [8]). Il peut également y avoir des processus lents résultant de la composante visqueuse du module viscoélastique.

#### I.1.4 Friction solide

La définition générale de la friction est la résistance que présentent deux surfaces en contact lors du déplacement de l'une par rapport à l'autre. On assimile souvent la friction à la force tangentielle à appliquer pour déplacer un objet en le faisant glisser sur un autre. Il existe cependant deux régimes de friction : le premier lorsque la force tangentielle permet juste la mise en mouvement de l'objet, on parle alors de friction statique et le deuxième lorsque la force tangentielle est suffisante pour déplacer continûment l'objet, on parle alors de friction dynamique.

#### Coefficient de friction

Dans la majeure partie des cas, la description de la friction s'effectue au moyen d'un coefficient de friction  $\mu$  qui représente le rapport entre la force normale et la force tangentielle :

$$\mu = \frac{F_n}{F_t} \quad (\text{I.10})$$

Dans le cas d'une friction solide, le coefficient de friction est considéré comme constant et est de l'ordre de 0,1 à 1. Les lois empiriques de Amontons-Coulomb décrivent quelques observations sur le coefficient de friction. Le chapitre VI reviendra très largement sur cette notion.

## Contrainte de friction

Pour des solides déformables ( $E \lesssim MPa$ ) en contact, les lois d'Amontons-Coulomb sont souvent prises en défaut. On préfère alors, le plus souvent, utiliser la contrainte de friction aussi appelée de cisaillement (rapport entre la force tangentielle et l'aire de contact) :

$$\tau = \frac{F_t}{A_r} \quad (\text{I.11})$$

Il est important ici de bien différencier l'aire de contact apparente  $A_a$  et l'aire de contact réelle  $A_r$ . En effet l'aire de contact apparente est la surface de contact délimité par la ligne de contact extérieure entre les deux objets alors que l'aire réelle de contact est la somme de toutes les surfaces effectivement en contact au niveau microscopique entre les deux objets.

Il est ainsi intéressant de disposer de solides de rugosité contrôlée pour pouvoir mesurer les rôles respectifs de l'aire apparente et de l'aire réelle de contact sur l'adhésion et la friction de solides déformables.

## I.2 Matériaux utilisés et fabrication des échantillons

L'objectif de cette section est de présenter les matériaux utilisés durant cette thèse et qui ont servi à préparer les échantillons qui seront décrits dans la section suivante.

### I.2.1 Elastomère modèle : Sylgard<sup>®</sup> 184

#### Description et caractérisation

Le Sylgard<sup>®</sup> 184, fabriqué par Dow Corning, permet d'avoir un élastomère modèle en combinant deux composants qui sont une base et un agent réticulant. Il est peu coûteux et très utilisé tant pour la recherche que pour l'industrie.

La base est constituée essentiellement de polydiméthylsiloxane (PDMS) réactif, renforcé par des nanoparticules de silice. À température ambiante, cette base est un liquide visqueux (de viscosité cinématique 5000 cSt et de densité de 1.11) car la température de transition vitreuse  $T_g$  du PDMS vaut  $-123$  °C. Son indice de polydispersité déterminé par chromatographie d'exclusion stérique (SEC), vaut 1.98 avec une masse molaire moyenne en nombre de 27.5 kg/mol et en poids de 54.6 kg/mol (voir figure I.5).

L'agent réticulant (de viscosité 100 cSt et de densité 1.03) est un mélange de petites molécules cycliques présentant plusieurs groupements réactifs.

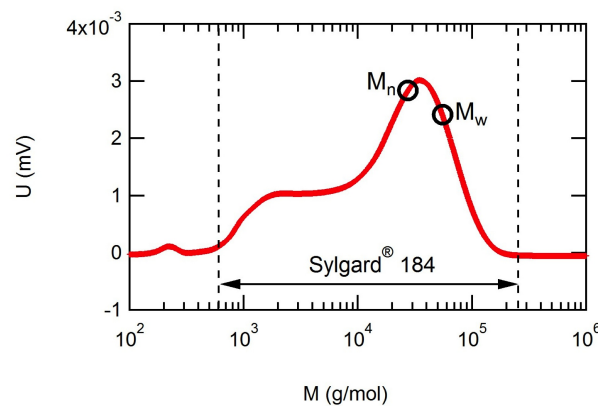


FIGURE I.5 – Distribution des masses molaires de la base du Sylgard<sup>®</sup> 184 obtenue par SEC.

Dans le cas du Sylgard<sup>®</sup> 184, les points de réticulation sont des liaisons covalentes obtenus par hydrosilylation ( $\text{Si-H} + \text{-CH=CH}_2$ ).

Comme la plupart des polymères, le Sylgard<sup>®</sup> 184 étant un matériau incompressible, le coefficient de Poisson est égal à 0.5. La valeur de son module élastique, quant à lui, peut varier en fonction de la température de réticulation mais également en fonction de la température environnante lors des expériences. Selon la température de réticulation, le Sylgard<sup>®</sup> 184 aura un module élastique variable. Il varie de 1.3 MPa pour une réticulation à température ambiante à 2.3 MPa pour une réticulation à 70 °C. L'équation (I.7) montre également que le module élastique dépend linéairement de la température environnante lors des expériences.

Durant les expériences, une variation de la température a été constatée entre 18°C et 35°C<sup>3</sup>. L'équation (I.7) permet d'écrire une relation entre des modules élastiques d'un même matériau mais à différentes températures qui est :  $E(T_1) = T_1 E(T_2)/T_2$  et permet de déduire une différence de module élastique théorique pour l'intervalle de températures environnantes au cours des différentes expériences qui vaut  $\Delta E = 0,04$  MPa (cette variabilité est inférieure aux incertitudes de mesures, qui sont de 0.2 MPa).

À l'aide du test JKR que l'on présente dans le chapitre III, on peut remonter aux propriétés d'adhésion et aux propriétés mécaniques. Le travail thermodynamique d'adhésion  $W$  entre deux surfaces de Sylgard<sup>®</sup> 184 vaut  $46 \pm 5$  mJ/m<sup>2</sup> et le taux de restitution de l'énergie à vitesse nulle vaut  $G = 95 \pm 5$  mJ/m<sup>2</sup>.  $W$  est en bon accord avec la théorie où il vaut deux fois la tension de surface<sup>4</sup> du Sylgard<sup>®</sup> 184. La valeur élevée du taux de restitution de l'énergie à vitesse nulle est le signe de comportement dissipatif du matériau. Cela pourrait par exemple venir de la viscoélasticité provoquée par les chaînes pendantes ou libres créées lors de la réticulation.

### Préparation et utilisation

La quantité de Sylgard<sup>®</sup> 184 à préparer n'est pas la même selon l'échantillon voulu. Mais les proportions sont toujours les mêmes à savoir 10 unités de base pour 1 unité de réticulant en masse. Ce mélange est fait dans un récipient en plastique jetable. Le tout est bien mélangé à l'aide d'une tige en verre et mis dans un dessiccateur pour enlever les bulles d'air dues au mélange. Quand il n'y a plus de bulles d'air, le mélange peut être utilisé. Il faut environ 10 g de mélange pour avoir les surfaces texturées à partir de leur moule, 4 g de mélange pour faire une vingtaine de petites lentilles et de 1 à 20 g de mélange pour fabriquer des massifs de Sylgard<sup>®</sup> 184 selon l'épaisseur du massif voulu.

La réticulation se fait soit à température ambiante pendant 48 heures, ou à 30 °C pendant 35 heures, ou à 50 °C pendant 10 heures, ou à 70 °C pendant 3 heures. Les modules élastiques mesurés varient de  $1.1 \pm 0.2$  MPa à  $2.3 \pm 0.2$  MPa.

### I.2.2 PDMS-OH

#### Description et caractérisation

Ce PDMS est fabriqué par Bluestar Silicones. Il a pour formule chimique  $(C_2H_6SiO)_N$  et ses fonctions aux extrémités du polymère sont modifiées pour qu'il se termine par deux fonctions -OH. À température ambiante, ce PDMS est un liquide purement visqueux. Il a comme masse molaire en poids et en nombre, respectivement, 81 kg/mol et 38.5 g/mol et donc comme indice de polydispersité 2.1. Avec le test JKR qui est décrit au chapitre III, on peut mesurer  $W$  et  $G$  entre une lentille de Sylgard<sup>®</sup> 184 et une surface rigide (wafer de silicium) où du PDMS-OH a été adsorbé au préalable. Ce travail  $W$  vaut  $43 \pm 5$  mJ/m<sup>2</sup> et le taux de restitution de l'énergie à vitesse nulle vaut  $G = 95 \pm 5$  mJ/m<sup>2</sup>. La tension interfaciale entre le PDMS triméthyl terminé et le PDMS hydroxy terminé est légèrement différente du cas symétrique provoquant ainsi un changement de  $W$ . La valeur élevée de  $G$  peut de nouveau s'expliquer en utilisant les mêmes arguments qu'au paragraphe précédent.

3. Quand la salle est climatisée, la température varie de 18 à 22°C ; en été, quand la climatisation ne fonctionne plus, elle peut atteindre 35°C !

4. La méthode de la goutte pendante permet, en faisant tomber une goutte d'une seringue, d'avoir le profil de la goutte grâce à une caméra. Avec ce profil, le diamètre de la seringue et l'équation de Young-Laplace, la tension de surface peut être mesurée et donc le travail thermodynamique d'adhésion aussi vu qu'il vaut le double de la tension de surface. Au Krüss DSA25, la tension de surface du sylgard<sup>®</sup> 184 (base avec l'agent réticulant) est obtenue vaut  $W : 23$  mJ/m<sup>2</sup>.



## Utilisation

Ce PDMS est utilisé adsorbé sur des surfaces dures afin que ces dernières aient un travail thermodynamique d'adhésion et un taux de restitution d'énergie à vitesse nulle le plus proche possible de ceux du Sylgard<sup>®</sup> 184. Pour une meilleure adsorption de celui-ci, la surface doit être traitée au plasma ou à l'UV-ozone. Ces deux traitements créent des radicaux libres d'oxygène qui pourront réagir avec les ponts siloxane de la surface afin de donner des groupements chimiques silanol. La terminaison du PDMS étant légèrement polaire, l'adsorption est en général facilitée.

La surface est mise dans l'enceinte du plasma (Electronic Diener Femto) sous vide. Quand le vide est inférieur à 0.23 Pa, l'oxygène est introduit dans l'enceinte. On réalise alors un second pompage pour atteindre une pression de 0.15 Pa. Une tension est appliquée qui crée des radicaux d'oxygène qui vont activer la surface. Après 2 minutes, la surface est récupérée couverte de liaisons silanol. Nous avons aussi utilisé un four UV-ozone. Dans ce dispositif, la surface est mise dans l'enceinte sous les lampes à UV. De l'oxygène est envoyé à l'intérieur produisant sous ce rayonnement UV les radicaux d'oxygène permettant d'activer la surface par le même processus que précédemment. Après 45 minutes, la surface peut être récupérée.

Le PDMS-OH est étalé sur la surface activée. Pour avoir une adsorption maximale [9], le tout est mis à l'étuve à 110 °C pendant 12 heures. Pour finir, un rinçage au toluène est effectué pour enlever le surplus de PDMS qui n'a pas été adsorbé et un séchage à l'azote permet d'éliminer le toluène. La surface est mise finalement à l'étuve à 110 °C pendant quelques heures pour s'assurer d'avoir supprimé toute trace de toluène. Ainsi, on obtient une couche nanométrique de PDMS d'environ 0.5 nm, mesurée par ellispométrie, permettant aux surfaces dures d'avoir les mêmes propriétés d'adhésion que les surfaces texturées en élastomère.

### 1.2.3 PMMA

#### Description

Le polyméthylméthacrylate (PMMA) utilisé pour faire de la lithographie électronique est acheté chez MicroChem. Il a une masse molaire moyenne en poids de  $M_w = 950$  kg/mol, un indice optique de 1.49 et il est en solution dans de l'anisole (A). C'est pourquoi il est nommé PMMA 950Ax avec  $x$  le pourcentage de PMMA dans l'anisole. Ce pourcentage change selon la viscosité désirée. À la température ambiante, le PMMA est un solide amorphe car sa température de transition vitreuse est de 106 °C. Sa température de fusion vaut 160 °C. Le PMMA est utilisé à l'état vitreux et se dissocie avec un faisceau d'électron d'énergie supérieure à 20 KeV avec un courant par unité de surface de 50 à 500  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ .

#### Utilisation

Le PMMA 950Ax est utilisé pour réaliser les moules permettant d'obtenir des surfaces texturées ainsi que des moules permettant d'insérer un quadrillage sous cette texturation.

Pour des hauteurs de 2 à 2.5  $\mu\text{m}$ , une concentration à 11 % est nécessaire (figure I.6) alors que pour 1  $\mu\text{m}$ , une concentration à 6 % suffit. Le choix de la concentration dépend de la hauteur voulue et de la vitesse de rotation qui doit être élevée afin d'avoir une couche de PMMA la plus homogène possible.

Pour favoriser l'étalement de la solution sur un *wafer* fait avec un *spincoater* (SüssMicroTech Lithography GmbH), le *wafer* est soumis à un plasma d'oxygène pendant une minute. Après traitement au plasma, le *wafer* est installé dans le *spincoater*, lavé à l'isopropanol, puis séché à l'azote. La solution de PMMA 950Ax est déposée au centre de ce dernier jusqu'à la moitié de sa surface. Le *spincoater* est programmé pour tourner à la vitesse voulue pour avoir l'épaisseur choisie. Après rotation et évaporation de l'essentiel du solvant, un recuit à 180 °C pendant 30 secondes est nécessaire pour enlever l'anisole bloqué dans le PMMA.

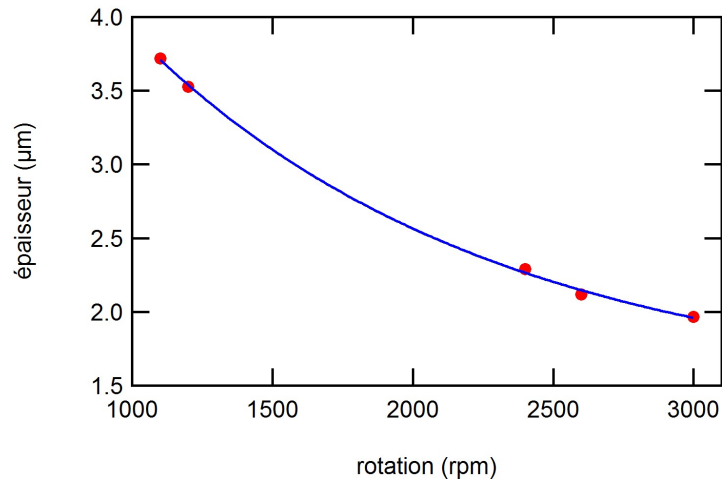


FIGURE I.6 – Variation de l'épaisseur de la couche de PMMA suivant la vitesse de rotation pour la résine 950 PMMA A11.

#### I.2.4 Résine modèle : Araldite<sup>®</sup> optique 2020

##### Description

L'Araldite<sup>®</sup> 2020 est fabriquée par Huntsman et c'est un polymère époxy bi-composant de masse molaire en poids inférieure à 0.7 kg/mol. Il faut mélanger l'agent A avec l'agent B, en proportion 10 pour 3 en masse, pour avoir une résine de module élastique de  $1.79 \pm 0.03$  GPa.

##### Préparation et utilisation

Cette résine est utilisée pour faire les surfaces texturées dures. Pour cela, il faut mélanger 3 g d'agent A et 0.9 g d'agent B dans un petit container en plastique jetable. Une fois bien mélangé, le tout est mis sous vide dans un dessiccateur pour éliminer les bulles de la préparation. Après 7 heures à 50 °C la résine peut être utilisée.

Un test de flexion trois-points permet de déterminer le module élastique grâce à un échantillon moulé sous forme de parallélépipède.

Les propriétés d'adhésion devant être identiques à celles du PDMS dans les expériences, l'adsorption du PDMS-OH sera faite sur ce matériau pour que le travail thermodynamique d'adhésion  $W$  entre une lentille de Sylgard<sup>®</sup> 184 et ces surfaces dures avec du PDMS-OH adsorbé soit égal à  $43 \pm 5$  J/m<sup>2</sup> et le taux de restitution de l'énergie vaille  $G = 95 \pm 5$  mJ/m<sup>2</sup>.

#### I.2.5 Fabrication des lentilles

##### Protocole expérimental

Les lentilles d'élastomère sont préparées par dépôt de gouttes du mélange de Sylgard<sup>®</sup> 184 sur une surface de faible énergie. Pour pouvoir obtenir des gouttes de rayon fini, le PDMS doit être déposé en situation de mouillage partiel (c'est-à-dire avec un angle de contact fini à l'équilibre). Afin de satisfaire cette condition, des lames de verre sont silanisées en phase vapeur au moyen d'un silane perfluoré (Trichloro(1H,1H,2H,2H-perfluorooctyl)silane, Sigma-Aldrich<sup>®</sup>). On dépose quelques gouttes de silane perfluoré dans une capsule jetable au sein d'un dessiccateur, préalablement lavé au toluène, essuyé et séché dans une étuve à 240 °C pour enlever le toluène et l'humidité. On installe ensuite la surface à traiter au sein du dessiccateur. Le dépôt se fait sous argon pour éviter que le silane se dégrade au contact de l'air. Le dessiccateur est ensuite mis sous vide partiel pendant 45 min à température ambiante (figure I.7).

Un moyen simple de tester que la silanisation a fonctionné est de déposer une goutte d'eau en inclinant la lame. L'eau possédant une hystérèse d'angle de contact (différence entre l'angle d'avancée



FIGURE I.7 – Silanisation d'une lame de verre dans un dessiccateur.

et l'angle de reculée) faible sur ce type de surface, elle s'évacue immédiatement sans laisser de traces ni de petites gouttelettes derrière elle.

On prépare ensuite 5 g de Sylgard<sup>®</sup> 184 (ou 20 g si un massif de PDMS doit être préparé en même temps). Cette préparation, encore liquide, est immédiatement déposée sur les lames de verres au moyen d'un fil métallique de diamètre micrométrique que l'on plonge dans le Sylgard<sup>®</sup> 184. On répète alors cette opération pour chaque goutte afin de récupérer un volume donné de liquide. On attend finalement que le PDMS perle par instabilité de Rayleigh-Plateau sur le fil au-dessus de la lame afin de pouvoir doser la quantité de liquide déposée (voir figure I.8).

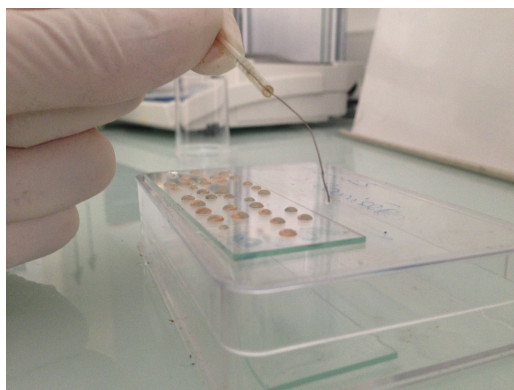


FIGURE I.8 – Dépôt de gouttelettes de PDMS sur une lame silanisée pour obtenir des lentilles après réticulation du PDMS.

Pour obtenir des gouttes sphériques, il faut tout d'abord s'assurer que le rayon de contact de chaque goutte avec la lame est bien inférieur à la longueur capillaire, notée  $\kappa^{-1} (= \sqrt{\gamma/\rho g})$ , qui vaut 1.57 mm pour l'élastomère à 25 °C. Autour de la longueur capillaire, la goutte commence à s'aplatir présentant ainsi des rayons de courbure non constants à son sommet et pouvant atteindre très rapidement plusieurs millimètres au centre. Dans un deuxième temps, la viscosité du mélange étant importante, il faut attendre un certain temps avant que la goutte adopte sa configuration d'équilibre. La lame est donc laissée à l'air libre pendant plusieurs heures à température ambiante avant d'être installée dans une étuve à 30 °C, 50 °C ou 70 °C en fonction du module élastique souhaité pour la lentille. Ceci permet d'obtenir des systèmes (lentille-surface) quasi symétriques mécaniquement.

Par la suite, un massif de PDMS réticulé (d'épaisseur environ 5 mm) est « collé » sous la lentille pour éviter les effets de taille finie [10, 11]. En effet, comme les expériences sont réalisées avec des demi-sphères, M.Deruelle [10] a montré que l'épaisseur de la demi-sphère pouvait être critique. Il a proposé une méthode pratique pour s'affranchir des effets de taille finie dans la lentille, qui consiste à augmenter artificiellement l'épaisseur de la lentille en la posant sur un massif de même matériau qu'elle. Ainsi, il y a un contact adhésif entre le massif et la lentille. C'est ce qui a été fait dans cette thèse également. Plus exactement, la décision de « coller » la lentille sur ce massif a été prise pour s'assurer que l'interface entre la lentille et la surface plane soit la seule en contact adhésif réversible. Pour « coller » la lentille, une très fine couche d'élastomère non réticulé est étalée sur le massif puis la lentille y est posée. Après réticulation de cette couche intermédiaire, le massif et la lentille sont reliés chimiquement.

### Utilisation des lentilles

Ces lentilles seront utilisées pour faire un contact sphère/plan dans les expériences d'adhésion du chapitre III et de friction du chapitre VII. Comme le contact doit être sec pour les observations voulues, l'humidité pendant l'expérience doit être inférieure à 60 % [12].

### Caractérisation des lentilles

La caractérisation du module élastique de la lentille  $E_l$  se fait en réalisant un contact entre la lentille et une surface dure, du type *wafer* de silicium, traitée au PDMS-OH (section I.2.2). Ceci permet d'extraire l'information du module élastique en mesurant le module effectif du système  $K$  (décrit au chapitre III). On utilise une surface dure car seule la lentille élastique en contact avec la surface dure se déforme. Le module effectif  $K$  est donc directement proportionnel au module élastique de la lentille ( $E_l = 9K/16$ ). Lors de ce test, le travail thermodynamique d'adhésion  $W$  et le taux de restitution d'énergie d'adhésion  $G$  peuvent également être caractérisés permettant ainsi de vérifier qu'ils valent bien ceux du Sylgard<sup>®</sup> 184 (voir section I.2.1).

Le rayon de courbure  $R$  de la lentille doit uniquement être mesuré au sommet de cette dernière sur une taille caractéristique de l'ordre de la taille du contact réalisé dans les expériences. Pour avoir son rayon de courbure, la lentille est visualisée de profil grâce à la caméra du Kruss DSA25 qui donne directement la valeur du rayon de courbure en ajustant ce profil par une portion de cercle. Cette mesure est faite pour différents angles de vue de la lentille afin d'être sûre qu'elle soit bien sphérique. L'écart de mesure du rayon de courbure entre deux angles de vue différents doit être inférieur à 2.5 % pour avoir un contact sphérique entre la lentille et une surface plane.

Le récapitulatif des lentilles utilisées durant les expériences d'adhésion et de friction est sur la table I.1. Les incertitudes sur les rayons de courbure sont de 0.05 mm et sur les modules élastiques de 0.2 MPa.

Numéro de lentille	Rayon de courbure (mm)	Module élastique (MPa)	Utilisation
1	1.94	1.49	Pour les tests d'adhésion des surfaces <i>d6ix</i> élastiques.
2	2.7	1.94	Pour les tests d'adhésion des surfaces <i>d6ix</i> solides.
3	1.06	1.69	Pour les tests de friction avec différentes lentilles.
4	0.86	1.66	Pour les tests de friction avec différentes lentilles.
5	0.98	1.58	Pour les tests de friction avec différentes lentilles.
6	2.07	1.62	Pour les tests de friction avec différentes lentilles.
7	1.73	1.69	Pour les tests de friction avec différentes lentilles.
8	2.62	2.08	Pour les tests de friction avec les surfaces <i>d6ix</i> , <i>d9ix</i> , <i>d3ix</i> et h différents.
9	2.64	1.36	Pour les tests de friction avec les surfaces <i>d2ix</i> solides et élastiques, <i>d1.3i3</i> élastiques, <i>d4i8</i> élastiques.
10	1.3	1.72	Pour les tests de friction avec différentes lentilles.

TABLE I.1 – Tableau récapitulatif des caractéristiques des lentilles utilisées pour tester les surfaces texturées. Pour simplifier la notation des surfaces, elles sont appelées *dyix*, avec *y* la valeur du diamètre *d* en  $\mu\text{m}$  et *x* la valeur de l'espacement centre à centre *i* en  $\mu\text{m}$ .

### I.2.6 Fabrication des surfaces texturées

La fabrication des différentes surfaces texturées se fait en plusieurs étapes qui sont schématisées sur la figure I.10. Les surfaces texturées, représentées sur la figure I.9, sont des réseaux hexagonaux de plots cylindriques de diamètre *d*, d'espacement *i* et de hauteur *h*. Elles seront appelées *dyix*, avec *y* la valeur du diamètre *d* en  $\mu\text{m}$  et *x* la valeur de l'espacement centre à centre *i* en  $\mu\text{m}$ . Avec ce type de surface, il est possible de remonter à la fraction de surface occupée par un plot  $\phi$ . Celle-ci est le rapport entre la surface supérieure d'un plot  $\pi d^2/4$  et la surface d'occupation de ce plot sur le substrat  $2\sqrt{3}i^2/2$  et vaut :

$$\phi = \frac{\pi}{2\sqrt{3}} \left(\frac{d}{i}\right)^2 \quad (\text{I.12})$$

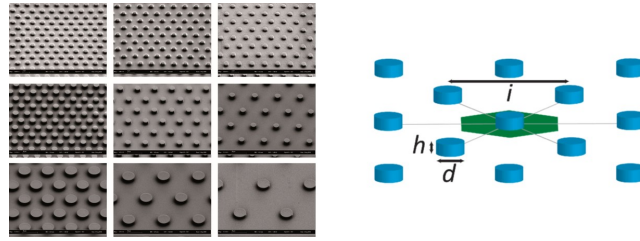


FIGURE I.9 – À gauche, des images de surfaces texturées observées au MEB. La hauteur  $h$  vaut  $2,3 \mu\text{m}$ . Le diamètre  $d$  et l'espacement centre à centre  $i$  changent suivant les images. En commençant par la ligne du haut et en allant de gauche à droite, les surfaces sont : d2i4, d2i6, d2i8, d4i8, d4i12, d4i16, d8i16, d8i24 et d8i32. À droite, la représentation schématique des surfaces texturées.

### Réalisation d'un moule

Dans un premier temps, une couche d'épaisseur  $e$  de la résine électrosensible PMMA 950A11 est étalée sur un *wafer* en silicium à l'aide d'un *spincoater* (SüssMicroTech Lithography GmbH, figure I.10, étape 2). La rotation est programmée d'abord à 500 tours par minute (rpm) pendant 5 secondes pour étaler la résine sur tout le *wafer*, puis à la vitesse correspondant à l'épaisseur voulue (figure I.6) pendant 90 secondes pour avoir une couche de résine d'épaisseur  $e^5$  après cuisson à  $180^\circ\text{C}$  pendant 30 s.

L'épaisseur  $e$  est mesurée à l'aide d'un ellipsomètre<sup>6</sup>. Elle correspond à la hauteur des plots  $h$  puisque le processus de lithographie va supprimer la totalité de la couche aux endroits irradiés.

Après avoir déposé la couche de PMMA sur le *wafer*, le schéma des plots est dessiné grâce à un logiciel Design CAD où le diamètre des plots  $d$  et la distance centre à centre désirée  $i$  sont choisis. Un autre logiciel (NPGS) permet de réaliser la lithographie électronique, à l'aide des dessins réalisés, en pilotant un microscope électronique à balayage (MEB).

Le microscope électronique à balayage (Zeiss supra 55-VP) est un appareil qui permet, grâce à un faisceau d'électrons, d'observer la surface d'un échantillon et/ou de connaître sa composition élémentaire [13]. Si la surface est électrosensible comme le PMMA, le faisceau d'électrons dissocie le polymère permettant de faire des motifs comme le moule des surfaces texturées. Ce principe est appelé une lithographie électronique. Un canon de faisceau à électrons accélère et focalise le faisceau ce qui permet de gagner en résolution et en précision. Cet appareil a une limite énergétique supérieure de 30 keV. Les limites inférieures de taille pour les texturations sont déterminées par la résolution du microscope alors que les limites supérieures sont déterminées par le champ d'observation. Ainsi, le rapport  $i/d$  est compris entre 1.25 et 12.5 et  $h$  varie de  $0.5$  à  $3.5 \mu\text{m}$ . Après la lithographie électronique, le *wafer* est immergé dans le solvant sélectif MIBK-IPA (Méthylisobutylcétone-isopropanol) pendant deux minutes permettant d'enlever uniquement les chaînes irradiées. Finalement, le *wafer* avec ses motifs est rincé à l'isopropanol et ensuite séché à l'azote (figure I.10, étape 3). Un microscope optique permet de vérifier que le PMMA a bien été dissocié dans les trous et que  $d$  et  $i$  sont bien aux dimensions demandées.

### Surfaces texturées en élastomère

**Préparation** Pour obtenir les surfaces texturées en élastomère, la préparation encore liquide de celle-ci (décrite section I.2.1) est versée dans le moule pour réticuler en présence des motifs. Lorsqu'elle est

5. Suite à des soucis avec le 950PMMA A11 en fin de thèse, l'utilisation d'une autre concentration, le PMMA 950A8, a été choisie pour avoir l'épaisseur  $e$ . Cette résine, moins visqueuse, doit être *spincoatée* une première fois sur un *wafer* et, après cuisson, elle doit être *spincoatée* une deuxième fois sur la première couche. Après une deuxième cuisson, nous obtenons la même épaisseur  $e$  qu'avec la résine plus visqueuse.

6. L'ellipsomètre (SENTECH instruments GmbH ou ACCURION nanofilm EP3BAM) utilise une technique optique fondée sur un changement d'état de la polarisation de la lumière par réflexion de la lumière sur une surface plane de l'échantillon. Quand la réflexion est faite sur le *wafer* avec une couche de polymère par exemple, des interférences apparaissent dues à la réflexion de la lumière sur l'interface air/polymère et polymère/*wafer*. Ceci entraîne une modification de la polarisation de la lumière dépendant de l'indice optique et de l'épaisseur de la couche.

réticulée, le démoulage se fait facilement <sup>7</sup> (figure I.10, étape 5) due à la faible interaction entre le Sylgard<sup>®</sup> 184 et le PMMA (figure I.9).

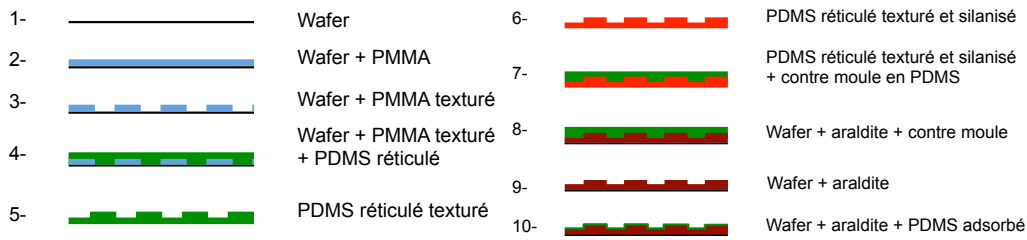


FIGURE I.10 – Les étapes de fabrication des surfaces.

Les étapes de 1 à 5 du schéma de la figure I.10 doivent être faites pour avoir des surfaces texturées en élastomère. La surface texturée est ensuite « collée » sur un massif dont l'épaisseur est d'environ 3 mm pour éviter les effets de taille finie dans le substrat.

**Caractérisation** La caractérisation de cette surface se fait avec le test JKR (décrit au chapitre III) avec une lentille préalablement caractérisée. Le test JKR va être fait entre une lentille et une partie lisse de la surface texturée. Le module élastique de la surface est déduit de la mesure du module effectif  $K$  du système et du module de la lentille. Son travail thermodynamique d'adhésion et son taux de restitution d'énergie à vitesse nulle sont vérifiés en même temps et doivent être ceux du Sylgard<sup>®</sup> 184.

La figure I.11 regroupe tous les paramètres des surfaces utilisées avec tous les modules élastiques  $E$  en MPa, le travail thermodynamique d'adhésion  $W$  et le taux de restitution de l'énergie à vitesse nulle  $G$  en  $\text{mJ}/\text{m}^2$  et les valeurs des paramètres des texturations  $h$ ,  $d$  et  $i$  en  $\mu\text{m}$ .

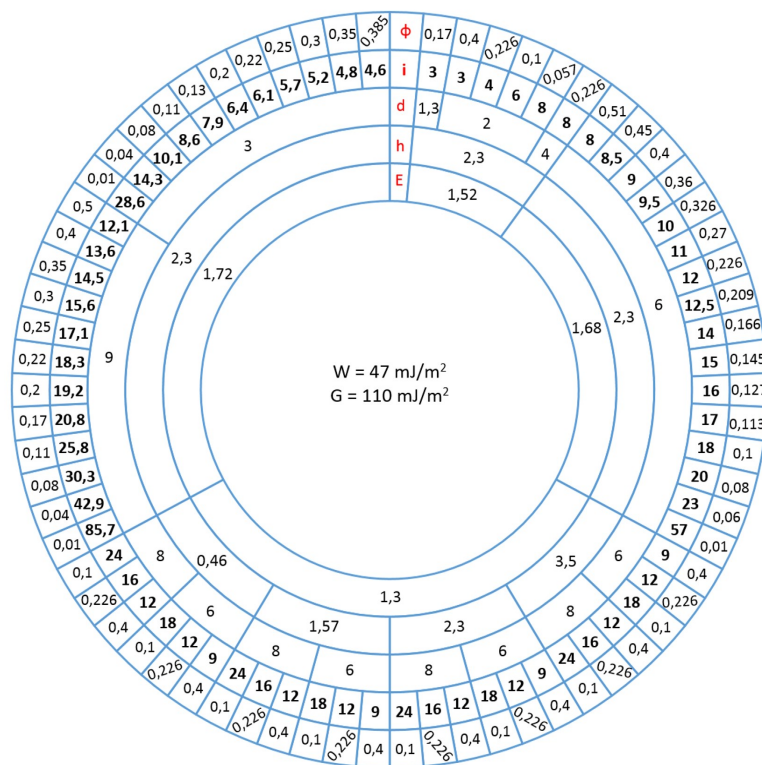


FIGURE I.11 – Les paramètres des surfaces molles.  $E$  est en MPa,  $i$ ,  $d$  et  $h$  en  $\mu\text{m}$ .

7. Avec certaines solutions utilisées pour faire le moule, le démoulage casse la texturation de surface. C'est pourquoi le moule, pour celles-ci, doit être silanisé. Après le démoulage, un rinçage au toluène doit être fait pour enlever les résidus de la silanisation.

### I.2.7 Surfaces texturées en résine

**Préparation** Pour fabriquer les surfaces texturées en résine, il faut contre-mouler les surfaces texturées en PDMS afin d’obtenir un nouveau moule souple permettant le futur démoulage. Pour pouvoir fabriquer le contre-moule, la surface obtenue dans l’étape précédente doit être silanisée<sup>8</sup> (étape 6 de la figure I.10) pour y mouler le contre-moule en PDMS réticulé (étape 7 de la figure I.10). Ainsi, après réticulation, le démoulage du contre-moule sera possible car la silanisation aura empêché le contre-moule de se lier chimiquement avec le moule.

La surface en résine est faite avec de l’Araldite<sup>®</sup> 2020. Le mélange non réticulé, décrit dans la section I.2.4, est déposé en fine couche sur un *wafer* où le contre-moule va être posé en évitant le plus possible les bulles (figure I.10, étape 8). Une fois le contre-moule enlevé après réticulation, on fait adsorber du PDMS sur la surface pour garder les mêmes propriétés de surface que l’élastomère des surfaces molles (étape 10 de la figure I.10). La texturation peut alors être observée avec un profilomètre optique<sup>9</sup> (Taylor HOBSON CCI HD) comme on le voit sur la figure I.12.

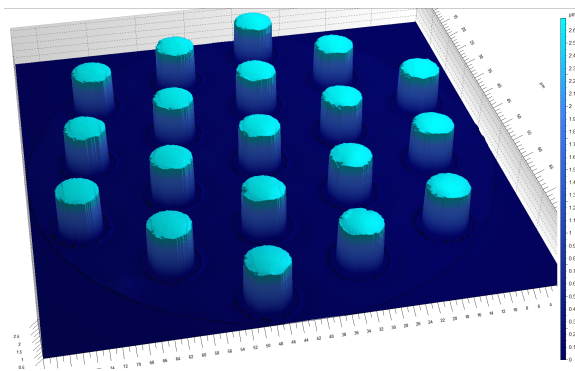


FIGURE I.12 – Reconstitution au profilomètre optique des plots durs d6.5i18 de hauteur  $2.3 \mu\text{m}$ .

**Caractérisation** Pour vérifier que le travail thermodynamique d’adhésion et le taux de restitution d’énergie à vitesse nulle sont bien les mêmes que pour le Sylgard<sup>®</sup> 184, un test JKR (décrit au chapitre III) est effectué avec une lentille déjà caractérisée. Le substrat étant dur, ce test JKR ne peut pas être utilisé pour déterminer le module élastique de ces surfaces. Il faut donc réaliser des échantillons spécifiques pour effectuer des essais de flexion trois-points afin de déterminer le module élastique de ces surfaces dures.

La figure I.13 regroupe les valeurs des surfaces dures utilisées avec tous les modules élastiques  $E$  en MPa, le travail thermodynamique d’adhésion  $W$ , le taux de restitution de l’énergie à vitesse nulle  $G$  en  $\text{mJ}/\text{m}^2$  et les valeurs des paramètres des texturations  $h$ ,  $d$  et  $i$  en  $\mu\text{m}$ .

## I.3 Conclusion

En conclusion, ce chapitre a permis d’introduire très rapidement des notions élémentaires sur les matériaux polymères, leurs propriétés mécaniques, l’adhésion et la friction. Les matériaux utilisés ont été présentés et nous avons montré qu’il est possible de disposer de surfaces texturées solides ou élastiques qui présentent les mêmes propriétés d’adhésion vis-à-vis de lentilles sphériques de Sylgard<sup>®</sup> 184 dont la fabrication a été décrite.

8. Si le moule dur a été silanisé, il ne faut pas rincer l’élastomère pour éviter des étapes supplémentaires. Par contre, il faut changer le temps de silanisation (qui sera de 20 minutes) pour obtenir le contre-moule sans avoir d’agrégats de silane ni sur le moule ni sur le contre-moule. Sinon, le temps de silanisation n’est pas changé.

9. Celui-ci permet d’avoir le profil d’une surface grâce aux interférences lumineuses créées sur le principe d’un interféromètre de Mirau. Une lame séparatrice va permettre d’avoir deux faisceaux lumineux dont un pour éclairer l’échantillon. Selon la hauteur de l’échantillon, les deux faisceaux lumineux arriveront avec un certain décalage, lié à la hauteur de l’échantillon, au niveau des capteurs. Ce décalage permet d’avoir le profil de la surface de l’échantillon à l’angström près.



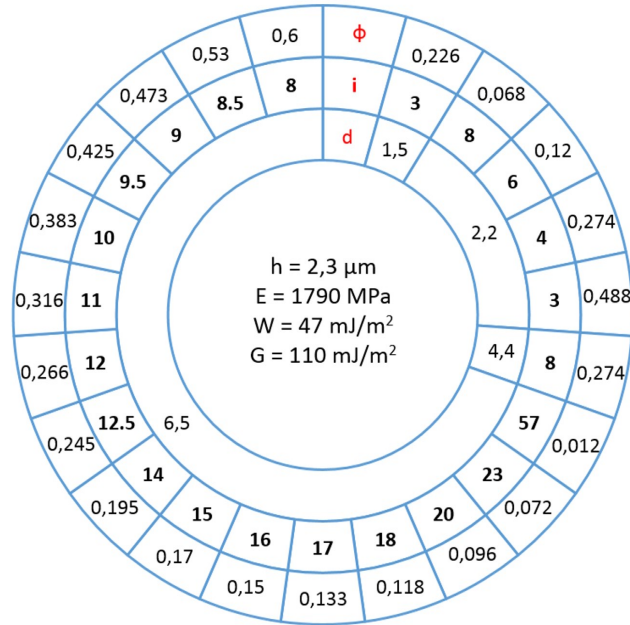


FIGURE I.13 – Les paramètres des surfaces dures.  $i$  et  $d$  sont en  $\mu\text{m}$ . La hauteur des plots est de 2.3  $\mu\text{m}$ .

Les surfaces fabriquées ont une texturation contrôlée et vont permettre, dans les parties suivantes, d'étudier la variation de l'adhésion et de la friction en fonction de la rugosité de surface. Cette texturation est un réseau hexagonal de plots cylindriques de hauteur  $h$ , de diamètre  $d$  et d'espacement centre à centre  $i$ . Un paramètre utile pour décrire ces surfaces est le paramètre  $\phi$  qui est l'occupation d'un plot sous le contact. Les caractéristiques des surfaces utilisées sont résumées dans le tableau I.1 pour les lentilles, la figure I.11 pour les surfaces élastiques et I.13 pour les surfaces solides.

La suite de ce manuscrit va présenter les expériences sur des contacts entre une lentille élastique et les surfaces texturées. La partie qui suit va permettre de mieux comprendre l'évolution du contact entre ces deux matériaux et l'évolution de l'adhésion en fonction des surfaces texturées. La dernière partie permettra de mieux comprendre les propriétés de la friction en fonction des surfaces texturées.

## Première partie

### Adhésion aux interfaces texturées



# Table des matières

---

<b>II</b>	<b>État de l'art</b> . . . . .	<b>39</b>
II.1	Mécanique du contact élastique sans frottement . . . . .	39
II.1.1	Mécanique du contact entre sphères élastiques : théorie de Hertz . . . . .	39
II.1.2	Indentation d'un demi-espace élastique : Théorie de Boussinesq . . . . .	40
II.1.3	Mécanique du contact adhésif : théorie JKR . . . . .	42
II.2	Mécanique du contact adhésif et rugosité . . . . .	44
II.2.1	Diminution de l'adhésion en présence de rugosité . . . . .	45
II.2.2	Augmentation de l'adhésion avec la rugosité . . . . .	45
II.2.3	Régime mixte : diminution ou augmentation de l'adhésion . . . . .	46
<b>III</b>	<b>Dispositif expérimental : le test JKR</b> . . . . .	<b>49</b>
III.1	Le dispositif expérimental . . . . .	49
III.2	Principes . . . . .	50
<b>IV</b>	<b>Résultats expérimentaux</b> . . . . .	<b>55</b>
IV.1	Cas de référence : lentille lisse/surface lisse . . . . .	55
IV.2	Lentille lisse/surface texturée : Expériences de charge . . . . .	56
IV.2.1	Transition de contact : Définition d'une force seuil . . . . .	57
IV.2.2	Évolution de la force en fonction du rayon de contact . . . . .	59
IV.3	Lentille lisse/surface texturée : Expériences de décharge . . . . .	62
IV.3.1	Contact posé . . . . .	62
IV.3.2	Contact mixte . . . . .	63
IV.4	Conclusion . . . . .	65
<b>V</b>	<b>Analyses des résultats et discussions</b> . . . . .	<b>67</b>
V.1	Description de la mécanique du contact lors de la charge . . . . .	67
V.1.1	Force seuil $F_c$ . . . . .	67
V.1.2	Évolution du contact intime après le seuil . . . . .	71
V.2	Énergies d'adhésion . . . . .	75
V.2.1	Première analyse énergétique . . . . .	75
V.2.2	Prise en compte des effets de couches minces . . . . .	77
V.2.3	Adaptation du modèle de C.Tardivat . . . . .	79
V.2.4	Pour aller plus loin... . . . . .	82

---



# Introduction

La première partie de cette thèse concerne le contact entre une sphère élastique et une surface texturée, dure ou molle. Il s'agit de la partie la plus développée de cette thèse dans laquelle les objectifs sont de comprendre comment se forme le contact entre deux surfaces dont l'une présente une texturation modèle et de comprendre le rôle de la texturation sur l'adhésion et sur la formation du contact.

Cette partie s'articule en quatre chapitres. Le premier chapitre est un état de l'art. Il présente tout d'abord la mécanique du contact sphère/plan non adhésif, puis adhésif et fait une revue non exhaustive du rôle de l'influence de la texturation de surface sur l'adhésion. L'objectif de ce chapitre est ainsi de motiver les chapitres qui suivent. Dans le deuxième chapitre, on présente le dispositif expérimental utilisé durant cette thèse ainsi que les protocoles utilisés pour étudier la formation du contact. Le troisième chapitre présente les résultats obtenus. Pour finir, le dernier chapitre est consacré à l'analyse des résultats. Ces résultats sont de deux ordres : la description de la nature du contact sous forme de contact posé ou total, puis la discussion est consacrée à l'analyse d'une énergie d'adhésion effective entre les surfaces texturées.



# Chapitre II

## État de l'art

Dans ce chapitre, un état de l'art, tant théorique qu'expérimental est présenté. Dans un premier temps, on décrira précisément les différentes théories de mécanique du contact élastique sans glissement en lien avec notre problématique et qui ont été développées en fonction de la nature du contact (théories de Hertz, de Boussinesq) et/ou de la prise en compte de l'énergie d'adhésion à l'interface en contact (théorie JKR). Dans un second temps, les recherches récentes sur l'influence d'une rugosité de surface sur l'adhésion y seront présentées. Cette rugosité peut soit toujours diminuer l'adhésion, soit toujours l'augmenter ou soit présenter une diminution ou une augmentation en fonction des paramètres expérimentaux.

### II.1 Mécanique du contact élastique sans frottement

#### II.1.1 Mécanique du contact entre sphères élastiques : théorie de Hertz

Le problème du contact entre une sphère et un demi-espace élastique ou entre deux sphères élastiques a été résolu par H.Hertz [14] en 1882. Cette découverte a été faite par hasard lorsqu'il étudiait les interférences d'un système optique de lentilles accolées. La théorie développée est fondée sur une analyse purement mécanique. Analysons le cas de deux sphères élastiques de rayons  $R_1$  et  $R_2$ , de modules élastiques  $E_1$  et  $E_2$  et de coefficients de Poisson  $\nu_1$  et  $\nu_2$ . En augmentant progressivement la force normale  $F_H$  entre les surfaces, le contact s'établit en premier lieu en un point (centré sur l'axe  $z$ ). Il augmente ensuite avec la force pour atteindre une surface finie correspondant à un disque de rayon  $a$ . La géométrie des objets en contact (sphère) soumis à une sollicitation uniaxiale (suivant l'axe  $z$ ) impose quasiment tout le temps l'utilisation du système de coordonnées cylindriques  $(r, \theta, z)$  dans lequel il y a une invariance suivant l'angle  $\theta$ . Toute la théorie sera alors explicitée dans le repère  $(r, z)$  comme indiqué sur la figure II.1.

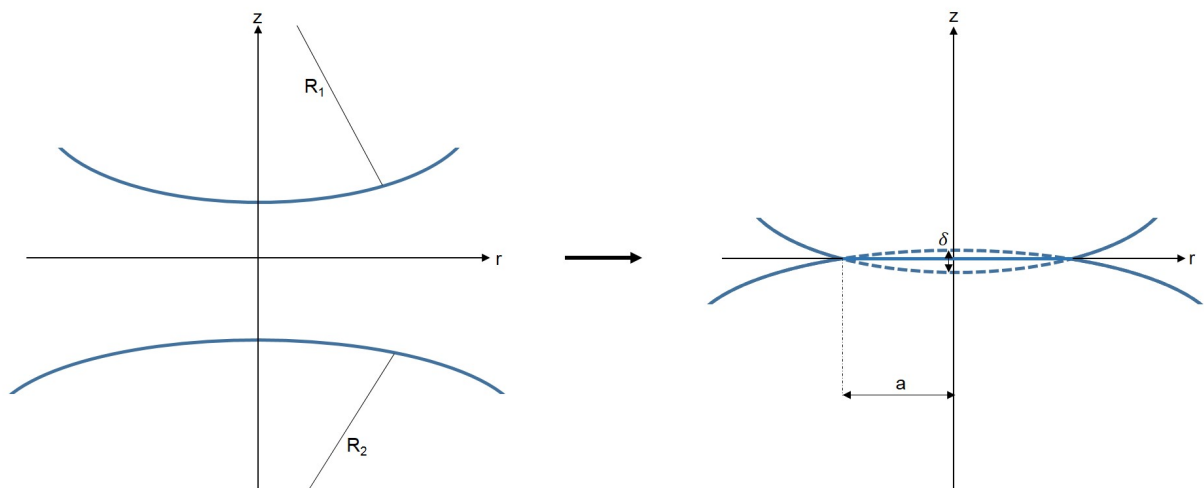


FIGURE II.1 – Schéma d'un contact entre deux sphères avant et après le contact.



La somme des déformations des deux objets en contact  $u_z(r) = u_{z1}(r) + u_{z2}(r)$  est égale à la déformation  $\delta$  au niveau de l'*apex*, et s'écrit en tenant compte de leur forme au travers de l'équation suivante :

$$u_z(r) = \delta - \frac{r^2}{2R} \quad (\text{II.1})$$

où  $R$  est le rayon de courbure équivalent du système défini par :

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (\text{II.2})$$

En tenant compte de la géométrie, Hertz propose un champ de distribution des contraintes sous le contact de la forme :

$$\sigma(r) = \sigma_0 \sqrt{1 - \frac{r^2}{a^2}} \quad (\text{II.3})$$

avec  $\sigma_0 = 3F_H/(2\pi a^2)$  la pression maximale sous le contact. Cette relation vérifie les conditions de pression maximale au centre ( $r = 0$ ) et nulle au bord ( $r = a$ ). Ceci aboutit alors à une expression de la déformation  $u_z(r)$  sous le contact ( $r \leq a$ ) :

$$u_z(r) = \frac{\sigma_0}{K} \frac{\pi}{3a} (2a^2 - r^2) \quad (\text{II.4})$$

avec  $K$ , le module équivalent du système défini par :

$$\frac{1}{K} = \frac{3}{4} \left( \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \right) \quad (\text{II.5})$$

On obtient alors en identifiant les équations (II.1) et (II.4) :

$$\frac{\sigma_0}{K} \frac{\pi}{3a} (2a^2 - r^2) = \delta - \frac{r^2}{2R} \quad (\text{II.6})$$

Par identification des termes constants et des termes dépendants de  $r$ , on obtient les égalités suivantes :

$$\delta = \frac{2\pi}{3} \frac{\sigma_0 a}{K} \quad (\text{II.7})$$

$$a = \frac{2\pi}{3} \frac{\sigma_0 R}{K} \quad (\text{II.8})$$

En combinant ces deux équations, on peut remarquer qu'il existe une relation simple entre  $\delta, a$  et  $R$  :

$$\delta(a) = \frac{a^2}{R} \quad (\text{II.9})$$

Finalement, on peut relier ces équations à la force normale  $F_H$  au travers des équations dites de Hertz en explicitant  $\sigma_0$  dans les équations (II.7) :

$$F_H(a) = \frac{K a^3}{R} \quad (\text{II.10})$$

$$F_H(\delta) = K R^{1/2} \delta^{3/2} \quad (\text{II.11})$$

## II.1.2 Indentation d'un demi-espace élastique : Théorie de Boussinesq

### Cas général d'indentation à déformation imposée

Le problème de l'indentation à déformation imposée d'un demi-espace élastique de module  $E$  et de coefficient de Poisson  $\nu$ , par un poinçon plat cylindrique rigide de rayon  $a_B$  soumis à une force normale  $F_B$ , schématisé sur la figure II.2, a été partiellement résolu par J.Boussinesq [15] en 1885 en établissant

le champ de distribution des contraintes à l'interface  $\sigma_z(r, 0)$  pour  $r < a_B$  et le profil de déformation de la surface  $u_z(r, 0)$  à l'extérieur du contact :

$$\sigma_z(r, 0) = -\frac{F_B}{2\pi a_B^2} \frac{1}{\sqrt{1 - \frac{r^2}{a_B^2}}} \quad (\text{II.12})$$

$$u_z(r, 0) = \frac{8F_B}{3\pi K a_B} \arcsin\left(\frac{a_B}{r}\right) \quad (\text{II.13})$$

À partir du profil de déformation, on peut en déduire la valeur maximale d'enfoncement du substrat  $\xi_B$  définie par :

$$\xi_B = \frac{4F_B}{3K a_B} \quad (\text{II.14})$$

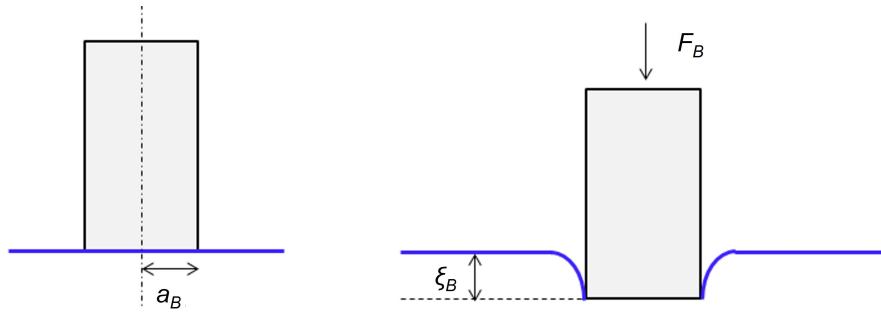


FIGURE II.2 – Indentation d'un poinçon sur une surface plane [16].

Par la suite, K.Kendall [17] en 1971, s'est intéressé à ce problème en prenant en compte l'adhésion entre le poinçon et le demi-espace en utilisant une balance énergétique. Afin d'obtenir l'énergie d'adhésion  $U_{\text{ad}}$ , on doit calculer l'énergie totale du système  $U_T$  qui vaut :

$$U_T = U_E + U_{\text{ad}} \quad (\text{II.15})$$

avec  $U_E$  qui est l'énergie élastique du système et qui vaut :

$$U_E = -\frac{F_B^2}{3K a_B} \quad (\text{II.16})$$

À l'équilibre, la variation de l'énergie du système est nulle par rapport au rayon de contact  $a_B$  ce qui donne :

$$\frac{\partial U_{\text{ad}}}{\partial a_B} = -\frac{\partial U_E}{\partial a_B} \quad (\text{II.17})$$

Avec une énergie d'adhésion qui vaut :

$$U_{\text{ad}} = W\pi a_B^2 \quad (\text{II.18})$$

où  $W$  est le travail thermodynamique d'adhésion.

En injectant les équations (II.16) et (II.17) dans l'équation (II.18), on obtient la relation entre le travail thermodynamique d'adhésion  $W$ , la force normale  $F_B$  et le rayon de contact pour la charge d'un poinçon plat rigide qui vaut :

$$F_B^2 = 6\pi W K a_B^3 \quad (\text{II.19})$$

### Cas particulier d'une indentation à contrainte imposée

Dans l'hypothèse où l'indentation se fait à contrainte imposée, le champ de distribution des contraintes sous le contact est constant et vaut  $\sigma_0$  en tout point [18]. On peut donc calculer le profil de déformation

$u_z$  suivant  $r$  en tout point du demi-espace infini :

$$\begin{aligned} u_z(r) &= \frac{4(1-\nu^2)}{\pi} \frac{\sigma_0 a_B}{E} \mathbf{E}\left(\frac{r}{a}\right) & (r < a_B) \\ u_z(r) &= \frac{4(1-\nu^2)}{\pi} \frac{\sigma_0 r}{E} \left\{ \mathbf{E}\left(\frac{a}{r}\right) - \left(1 - \frac{a^2}{r^2}\right) \mathbf{K}\left(\frac{a}{r}\right) \right\} & (r > a_B) \end{aligned} \quad (\text{II.20})$$

où les fonctions  $\mathbf{K}$  et  $\mathbf{E}$  correspondent aux intégrales elliptiques respectivement de premier et deuxième types<sup>1</sup>. Ce cas particulier d'indentation à contrainte imposée sera très important par la suite car il correspondra au mode d'indentation des plots cylindriques sur la lentille et le substrat.

### II.1.3 Mécanique du contact adhésif : théorie JKR

Il existe différentes façons de prendre en compte les effets de l'adhésion entre objets élastiques. Les deux grandes théories existantes développées d'une part par Johnson-Kendall-Roberts (JKR) en 1971 [19] et d'autre part par Derjaguin-Müller-Toporov (DMT) en 1975 [20] correspondent à deux situations expérimentales limites.

La théorie DMT est une déviation du modèle de Hertz en prenant en compte les forces interfaciales ( $F_{\text{int}} = 2\pi RW$ ) qui agissent sur les deux objets à l'extérieur du contact. C'est une approche microscopique avec l'hypothèse que le profil des sphères en contact est le même que celui de Hertz. La relation force-rayon de contact est donc inchangée mais l'expression de la force elle-même est différente. On obtient alors la relation suivante :

$$F = \frac{Ka^3}{R} - 2\pi RW \quad (\text{II.21})$$

Cependant, cette théorie n'est valable que pour des contacts entre objets de faibles rayons de courbure et/ou d'objets rigides.

### Analyse énergétique

Pour des objets de faible module élastique, la théorie JKR prévaut car elle tient compte du fait que la taille du contact peut augmenter sous l'action de l'énergie d'interaction entre les objets comme on le voit schématiquement sur la figure II.3.

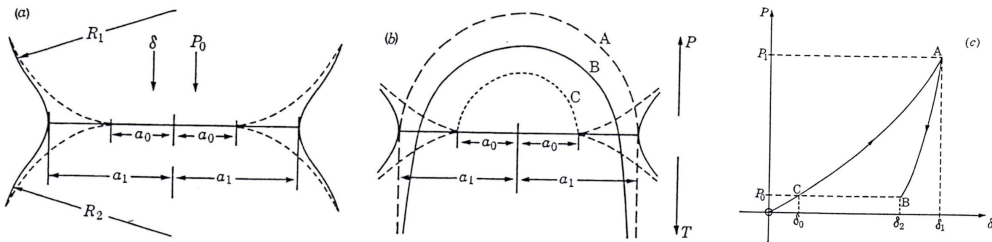


FIGURE II.3 – Contact entre deux surfaces élastiques adhésives [19]. (a) Contact entre deux sphères de rayon de courbure  $R_1$  et  $R_2$  sous une charge normale  $P_0$  ( $F_H$  dans le manuscrit) et avec un déplacement élastique  $\delta$ . (b) Contact entre les deux sphères (représentées en (a)) avec des forces de surface. La distribution A est régie par le contact de Hertz après équilibre avec  $P = P_1$  ( $F = F_{JKR}$  dans le manuscrit) et  $a = a_1$ , B par le contact réel (Johnson 1950) avec  $a = a_1$  et  $P = P_0$  et C par le contact de Hertz avec  $P = P_0$  et  $a = a_0$ . (c) Évolution de la charge en fonction du déplacement lors du contact.

Afin d'explicitier la relation force-rayon de contact, Johnson, Kendall et Roberts ont développé leur analyse du contact au travers d'une approche purement énergétique en utilisant un critère de minimisation de l'énergie totale  $U_T$  :

$$U_T = U_E + U_P + U_{ad} \quad (\text{II.22})$$

1. Ses intégrales s'écrivent sous la forme :  $\mathbf{K}(r) = \int_0^{\pi/2} \frac{1}{\sqrt{1-r^2 \sin^2(\theta)}} d\theta$  et  $\mathbf{E}(r) = \int_0^{\pi/2} \sqrt{1-r^2 \sin^2(\theta)} d\theta$ .

Avec  $U_E$  l'énergie élastique stockée,  $U_P$  l'énergie potentielle et  $U_{ad}$  l'énergie de surface.

Afin d'expliciter l'énergie élastique stockée en présence de force de surface, on doit choisir un chemin d'intégration en supposant que le contact est favorisé par l'adhésion. À aire de contact constante, cela correspond alors à une force  $F = F_{JKR}$  inférieure à la force de Hertz. On considère donc que l'on fait subir au système une charge hertzienne suivie d'un déchargement à aire de contact constante correspondant à un déchargement de type Boussinesq comme cela est schématisé sur la figure II.4.

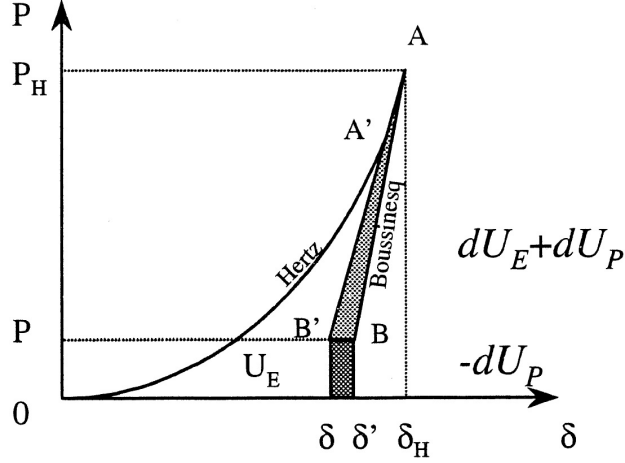


FIGURE II.4 – Calcul des énergies élastique et potentielle [11].

Ainsi, le profil de distribution des contraintes de type JKR pour un rayon de contact  $a$  et une force  $F$  vaut, pour  $r \leq a$  :

$$\sigma(r) = \frac{3F_H}{2\pi a^2} \sqrt{1 - \frac{r^2}{a^2}} - \frac{F - F_H}{2\pi a^2 \sqrt{1 - \frac{r^2}{a^2}}} \quad (\text{II.23})$$

avec  $F_H$  la force de Hertz donnée dans l'équation (II.10). De plus, le rayon de contact  $a$  pour un système de rayon de courbure  $R$  et de module effectif  $K$  vaut sous une charge de type Hertz :

$$a^3 = \frac{RF_H}{K} \quad (\text{II.24})$$

Durant la charge de O vers A, la relation force-déplacement est définie par :

$$\delta_H = \frac{a^2}{R} \quad (\text{II.25})$$

Durant le déchargement de A vers B, la relation force-déplacement est définie par :

$$\delta_B = \delta - \delta_H = \frac{2}{3Ka} (F - F_H) \quad (\text{II.26})$$

L'énergie élastique vaut ainsi :

$$U_E = \int_0^{F_H} F d\delta_H + \int_{F_H}^{F_{JKR}} F d\delta_B = \frac{F_H^{5/3}/15 + F^2 F_H^{-1/3}/3}{K^{2/3} R^{1/3}} \quad (\text{II.27})$$

L'énergie de surface s'exprime assez facilement en fonction de l'aire de contact et du travail thermodynamique d'adhésion  $W$  :

$$U_{ad} = -W\pi a^2 = -\pi W \left( \frac{RF_H}{K} \right)^{2/3} \quad (\text{II.28})$$

De même, l'énergie potentielle de la charge normale  $F$  est définie par :

$$U_P = -F(\delta_H + \delta_B) = -\frac{F}{K^{2/3} R^{1/3}} \left( F_H^{1/3}/3 + 2FF_H^{-1/3}/3 \right) \quad (\text{II.29})$$

L'équilibre est atteint quand l'énergie totale est minimale, c'est-à-dire quand :

$$\frac{dU_T}{da} = \frac{dU_T}{dF} = 0 \quad (\text{II.30})$$

Ce qui donne que :

$$(F_H - F)^2 - 6\pi W R F_H = 0 \quad (\text{II.31})$$

### Relations constitutives

La force de Hertz est reliée au rayon de contact  $a$  au travers de l'équation (II.10), ce qui permet d'avoir les relations suivantes entre le déplacement  $\delta$ , la force  $F$  et le rayon de contact  $a$  :

$$F = \frac{Ka^3}{R} - \sqrt{6\pi W a^3 K} \quad (\text{II.32})$$

$$\delta = \frac{a^2}{3R} + \frac{2F}{3Ka} \quad (\text{II.33})$$

$$\delta = \frac{a^2}{R} - \sqrt{\frac{8\pi W a}{3K}} \quad (\text{II.34})$$

Lorsqu'une séparation de contact entre deux objets se fait, les équations précédentes sont aussi valables en remplaçant  $W$  par  $G$ .

La démonstration des équations de JKR décrite précédemment est une démonstration fondée sur les énergies. Ceci peut être retrouvé de manière mécanique en passant par la complaisance du système [11].

### Force maximale à la rupture : « pull-off » force

L'équation JKR n'admet pas de solution en dessous de  $F_{\text{off}} = -3\pi GR/2$ . La décharge entraîne une rupture de contact à cette force critique, appelée « pull-off » force et à un rayon de contact critique  $a_c = (9GR^2/(8E^*))^{1/3}$ . Cette force apparaît dans une situation instable où le contact se détache. Sur la figure II.5, on voit que la « pull-off » force est bien la force minimale admise par l'analyse JKR.

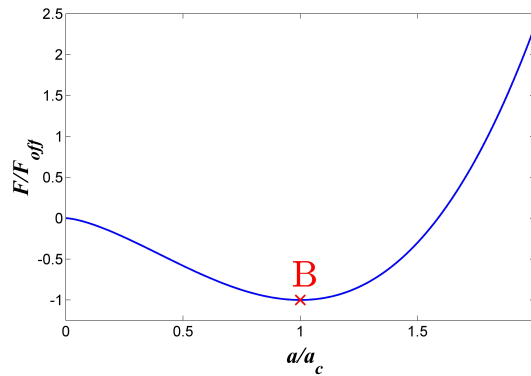


FIGURE II.5 – Graphe théorique du rapport de la force  $F$  sur la « pull-off » force  $F_{\text{off}}$  en fonction du rapport du rayon de contact  $a$  sur le rayon critique  $a_c$ . Le point  $B$  est la force maximale lors de la décharge. Les valeurs utilisées ici sont celles de la lentille  $L_1$  du tableau I.1.

## II.2 Mécanique du contact adhésif et rugosité

La rugosité de surface est un facteur qui joue énormément sur l'adhésion. Cette dernière peut être augmentée ou diminuée suivant le type de rugosité. On va illustrer cela par la suite grâce à quelques cas choisis de façon non exhaustive.

### II.2.1 Diminution de l'adhésion en présence de rugosité

Quand la rugosité a un faible rapport d'aspect, elle discrétise le profil de distribution des contraintes, ce qui diminue la surface de contact et donc l'énergie d'adhésion effective. Ceci a beaucoup été étudié par plusieurs chercheurs comme K.Fuller et D. Tabor [21], D.Maugis [22], puis, plus récemment par Restagno *et al.* [23] et Pastewka *et al.* [24]. Ils ont montré que l'adhésion et l'élasticité des matériaux étaient en compétition. Cette compétition est étudiée à travers un critère de comparaison qui est la longueur élasto-capillaire  $l$ . Cette longueur compare l'adhésion  $W$  avec le module élastique  $E$  ( $l = W/E$ ). Il en découle que l'influence de la rugosité sur l'adhésion dépendra de la comparaison de  $l$  aux échelles de rugosité.

Pour expliciter cela plus précisément, B.N.J.Persson [25, 26], par exemple, a étudié un contact sphère/plan où le plan a une rugosité fractale auto affine. Ses simulations numériques montrent que le travail thermodynamique d'adhésion diminue quand la rugosité de surface augmente et de manière plus rapide quand la longueur élasto-capillaire diminue comme on le voit sur la figure II.6.

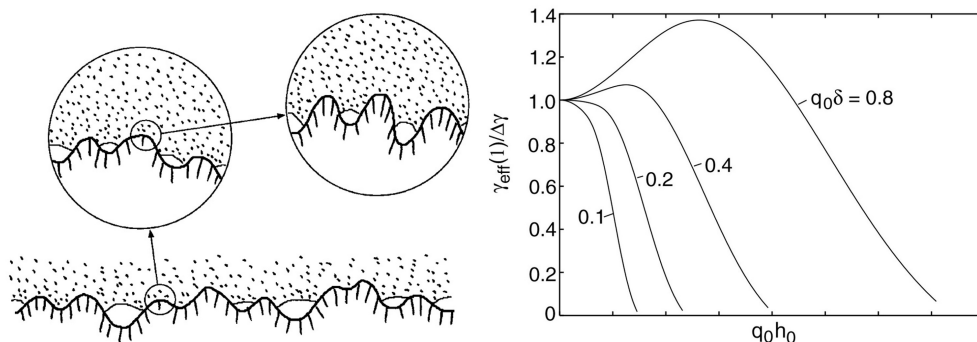


FIGURE II.6 – Résultats obtenus par B.N.J.Persson [26]. À gauche, schéma d'une surface avec une rugosité fractale auto affine. À droite, énergie interfaciale macroscopique normalisée  $\gamma_{\text{eff}}/\Delta\gamma$  en fonction de la rugosité de la surface  $q_0 h_0$  pour différentes longueurs élastiques  $q_0 \delta$ .

### II.2.2 Augmentation de l'adhésion avec la rugosité

Si la diminution de l'adhésion avec l'aire de contact créée par la rugosité est le cas le plus simple, il existe des situations où l'adhésion peut être augmentée par la rugosité. Un exemple classique est le gecko qui peut grimper au mur car le bout de ses pattes est fibrillaire et déformable. Le mécanisme d'augmentation de l'adhésion est que les fibrilles lui permettent d'augmenter l'aire de contact et donc d'adhérer plus au mur.

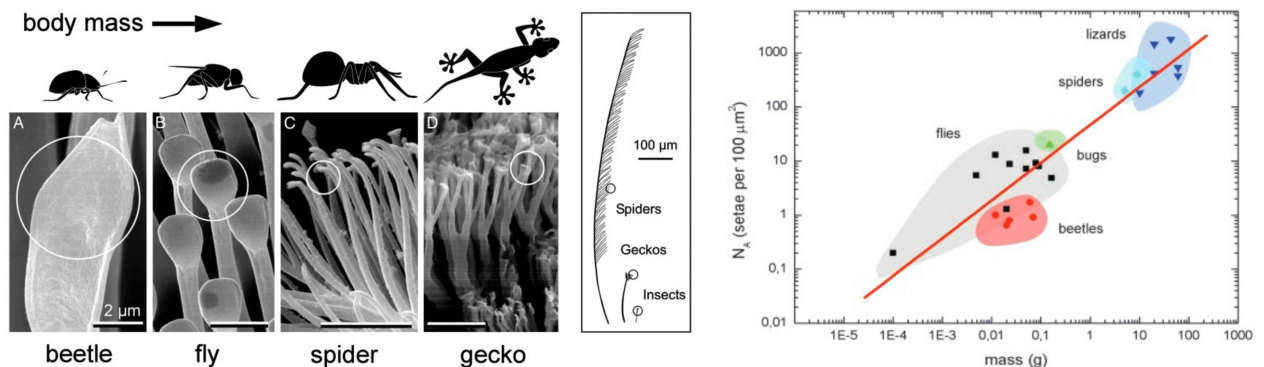


FIGURE II.7 – Résultats obtenus par Arzt *et al.* [27]. À gauche, forme des pattes des animaux. À droite, nombre de fibrilles en fonction du poids de l'animal.

Autumn *et al.* [1, 28] font partie des premiers à avoir étudié ce phénomène.

Ils en ont déduit qu'il faut une densité de fibrilles de  $10^3$  à  $10^4$  par millimètre carré pour que l'adhésion permette au gecko de grimper sur les murs. Arzt *et al.* [27], quant à eux, ont montré qu'il existe un lien entre le poids d'un animal qui grimpe aux murs et la texturation de ses pattes. Ce lien est que la taille des fibrilles, qui composent la texturation sur la patte de ces animaux, diminue quand le poids de ces mêmes animaux augmente ( $0.3 \mu\text{m}$  pour le gecko et  $1.6 \mu\text{m}$  pour la mouche) comme on le voit sur la figure II.7 et ont justifié ce résultat à partir de lois de type JKR.

D'autres chercheurs comme Sitti *et al.* [29], Chung *et al.* [30] ou encore Greiner *et al.* [31] tentent d'imiter la nature en créant des surfaces fibrillaires et déformables pour augmenter l'adhésion. Quant à Crosby *et al.* [32], Jagota *et al.* [33] ou encore Bartlett *et al.* [34], ils essaient de comprendre comment augmente l'adhésion avec des structures fibrillaires. Ainsi, ils jouent sur la complaisance du contact et donc sur le stockage d'énergie par déformation des fibrilles pour comprendre le lien entre l'élasticité des fibrilles et l'adhésion. Ils font donc différentes structures fibrillaires pour augmenter l'adhésion car, comme l'ont montré Hui [35] ou encore Varenberg *et al.* [36], le rapport d'aspect des fibrilles joue un rôle dans l'adhésion.

Des exemples de surfaces structurées étudiées sont visibles sur les figures II.8. La conclusion générale de ces études nombreuses est qu'une forte densité de fibrilles et un fort rapport d'aspect permettent à l'adhésion d'augmenter même en discrétisant le contact.

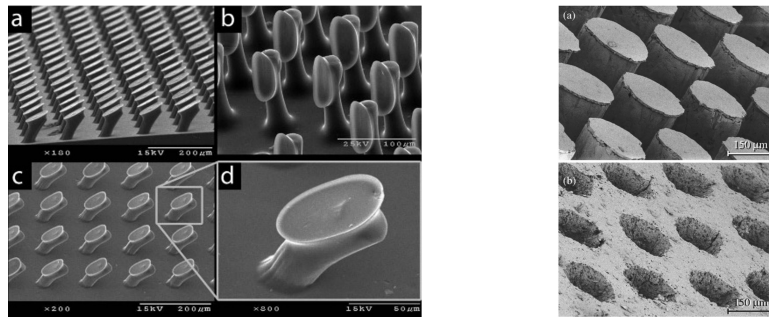


FIGURE II.8 – Différentes surfaces texturées. À droite, structure imitant les fibrilles de la patte du gecko étudiée par Sitti *et al.* [29]. À gauche, surfaces texturées par des trous ou des plots cylindriques étudiées par Varenberg *et al.* [36].

### II.2.3 Régime mixte : diminution ou augmentation de l'adhésion

On a vu qu'il existe, pour un rapport d'aspect faible de la rugosité, une diminution de l'énergie d'adhésion. Par contre, pour un grand rapport d'aspect et avec une forte densité d'aspérités, l'adhésion augmente. Plusieurs chercheurs comme Crosby *et al.* [32], Das *et al.* [38] ou encore Hodges *et al.* [39] se sont intéressés plus spécifiquement à la situation de faible densité d'aspérités et au rôle du rapport d'aspect. Nous ne rentrerons pas ici plus dans le détail de leurs résultats.

Deux expériences méritent d'être citées car elles font intervenir des notions importantes des résultats originaux de ce travail de thèse.

Verneuil *et al.* [40] ont observé, pour des surfaces où il y a un réseau hexagonal de plots et avec un contact sphère/plan, qu'il existe deux types de contact suivant la force normale appliquée entre les surfaces. Pour des forces normales faibles, le contact reste au sommet des plots ce qui correspond à un *contact posé*.

Pour des forces normales élevées, au centre du contact, les plots sont écrasés et la sphère touche le substrat des plots donnant naissance au *contact intime*. Ils ont montré qu'il existe une hauteur de plots limite qui mène le contact directement au contact mixte (contact intime entouré de contact posé) sans passer par un contact posé comme on le voit sur la figure II.9. On remarque également qu'à partir de cette hauteur, l'adhésion diminue par la discrétisation du contact.

Sur un système un peu particulier d'adhésif acrylique en contact avec des surfaces texturées, Lamblet *et al.* [41] ont montré que pour un rapport d'aspect des fibrilles tel que  $h/d > 1.3$ , les fibrilles

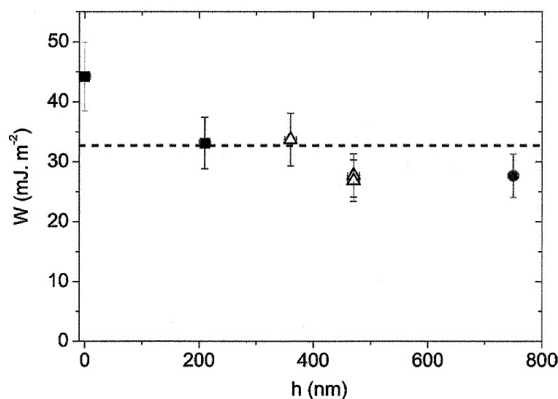


FIGURE II.9 – Résultats obtenus par E.Verneuil [37]. La droite en pointillés est le travail thermodynamique d’adhésion pour un contact lisse. Les carrés sont les données pour une texturation dont la hauteur des plots (inférieure à la hauteur critique) entraîne un contact intime uniquement. Les triangles sont les données pour une texturation dont la hauteur des plots (aux alentours de la hauteur critique) entraîne un contact mixte. Les cercles sont les données pour une texturation dont la hauteur des plots (supérieure à la hauteur critique) entraîne un contact posé uniquement.

flambent. Ce flambage des fibrilles rend impossible le stockage de l’énergie élastique dans les surfaces fibrillaires, conduisant alors à la suppression de l’augmentation d’adhésion (figure II.10). En deçà de ce rapport, les fibrilles augmentent l’adhésion.

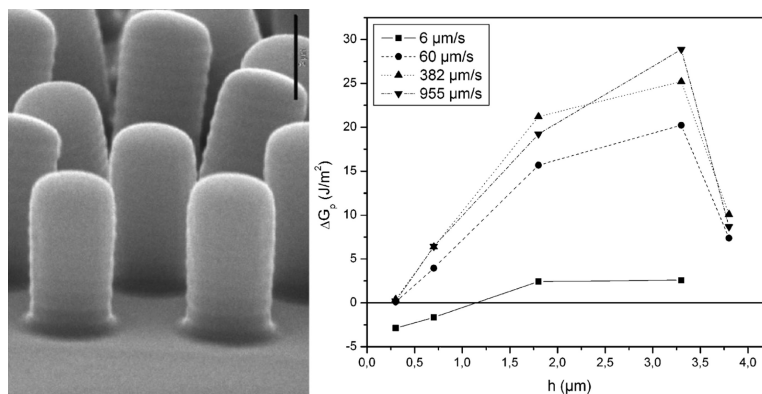


FIGURE II.10 – Résultats de M.Lamblot [42]. À gauche, ses surfaces texturées étudiées. À droite, l’énergie d’adhésion en fonction de la hauteur des plots pour un contact total entre la surface à plots et l’adhésif viscoélastique.

Suite au travail de M. Lamblot, l’équipe AFPO s’est intéressée à la variation de l’énergie d’adhésion en fonction des différents paramètres de la texturation pour isoler et comprendre l’influence de chacun des modes de déformation mécaniques. Poulard *et al.* [43] avec un test de pelage pour comprendre l’influence de la texturation de surface, fabriquée comme dans la partie 1, ont fait varier le diamètre des plots et l’espacement centre à centre des plots autour du cas intermédiaire décrit par Verneuil *et al.* [40] et Lamblot *et al.* [41]. Ils ont montré que, dans des rapports d’aspects intermédiaires, tous les modes de déformation de la texturation (traction et cisaillement des plots mais également traction locale du substrat par les plots) avaient le même ordre de grandeur et devaient être pris en compte pour décrire l’augmentation d’adhésion observée (voir la figure II.11).

À partir des résultats expérimentaux, un modèle permettant de comprendre l’influence des plots sur la déformation lors du pelage a été construit. Il met en évidence la perturbation des déformations élastiques due à la proximité des plots. Ainsi, le modèle prend en compte, en plus des différents modes de déformations, le couplage entre les plots qui perturbe le champ de déformation au sein du substrat.



C'est dans cette continuité que ce manuscrit s'inscrit pour essayer de comprendre l'influence des texturations de surface sur l'énergie d'adhésion. Les expériences ne se feront plus avec le test de pelage mais avec le test JKR pour enlever l'aspect viscoélastique de la colle du ruban adhésif qui saturait cette augmentation d'adhésion pour des fortes densités de plots. On va chercher à améliorer le modèle déjà existant sur ce sujet et à comprendre la nature du contact pour pouvoir utiliser le test JKR (expliqué au chapitre III) afin d'étudier les énergies d'adhésion. figure II.11).

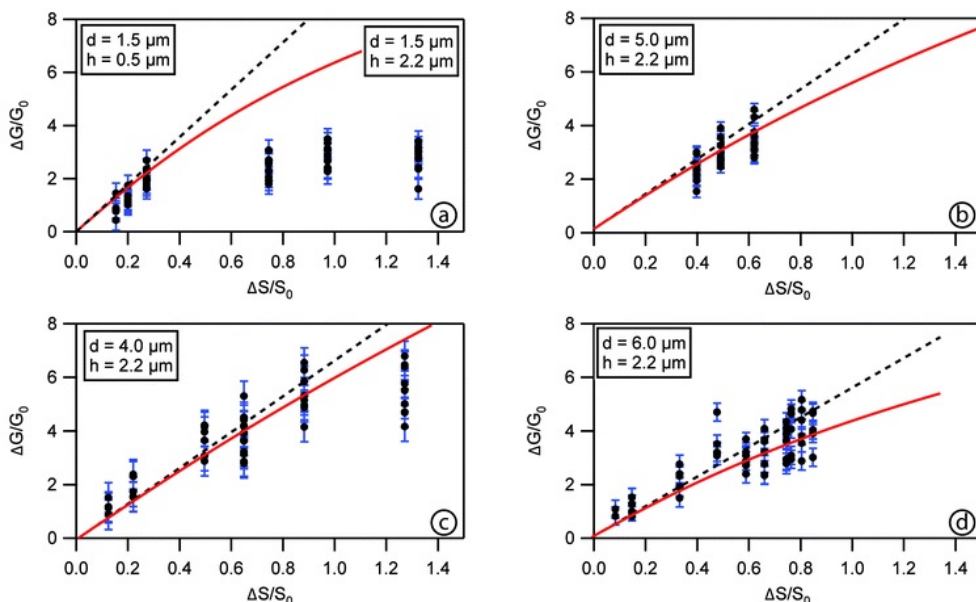


FIGURE II.11 – Le taux de restitution de l'énergie d'adhésion en fonction de la normalisation de l'aire réelle de contact comparé avec les simulations.

## Chapitre III

### Dispositif expérimental : le test JKR

Dans le chapitre précédent, on a vu que la texturation de surface influençait l'adhésion dans des situations allant de contacts simples à des contacts complexes comme le contact d'un adhésif sur une surface texturée. Le choix de cette thèse a été de se concentrer sur la géométrie la plus simple : le contact sphère-plan et de placer les rugosités sur le plan. Dans le cas du contact adhésif sur surfaces non texturées, nous parlons d'un contact JKR ou lisse. Comme nous l'avons vu dans le premier chapitre de cette partie, ce sont Johnson, Kendall et Roberts qui ont étudié l'adhésion dans ce type de contact et qui l'ont relié au rayon de contact  $a$ , à la force normale  $F$  et au déplacement  $\delta$ . Durant ce doctorat, j'ai utilisé un dispositif existant qui avait été utilisé pour étudier le contact JKR au sein de l'équipe. Je l'ai utilisé de façon systématique pour décrire le contact avec des surfaces adhésives. L'objectif de ce chapitre relativement court est de présenter le dispositif et les techniques de dépouillement des résultats.

#### III.1 Le dispositif expérimental

Sur la figure III.2, on peut observer le dispositif expérimental. La lentille (ou sphère) est solidaire d'une platine de déplacement (Newport MFA-PPD) ayant une précision submicrométrique et pouvant se déplacer de  $1 \mu\text{m/s}$  à  $1 \text{mm/s}$ . La surface plane, où l'échantillon est installé, est liée à un capteur de force avec un ressort de raideur finie  $k_F$  (HBM M-Q11), posé sur une platine à 5 axes (Newport M-UMRS-16) permettant de régler la position relative par rapport à la lentille mais, également, le parallélisme entre les deux surfaces qui est important pour la visualisation du contact. Un deuxième capteur LVDT (RDP D5/300AG) permet de mesurer le déplacement de la lentille  $\Delta$  et une caméra (Sony XCD-X710) couplée à un microscope de grossissement  $\times 3$  (Nikon MM-11C) permet de visualiser le contact. Les aires de contact seront mesurées sur ImageJ avec une calibration de l'image qui vaut  $1.03 \pm 0.01 \mu\text{m}/\text{pixel}$ .

Les capteurs affichant des valeurs en tension, ont été calibrés à l'aide de la platine de déplacement. Pour le capteur de déplacement du support de la lentille, des déplacements contrôlés ont été effectués tout en relevant la valeur de la tension du capteur et sans contact avec le support de l'échantillon. Le coefficient de proportionnalité permet ainsi d'avoir le déplacement en mètre avec le capteur de déplacement. Pour avoir la conversion entre la tension donnée par le capteur de force et la valeur de force (en Newton) exercée sur le capteur, des poids de masses connues ont été utilisés. Ces poids permettent de connaître la valeur de la force exercée sur le capteur est donc de la relier avec la tension de ce dernier. Pour connaître la valeur de la raideur du ressort du capteur de force  $k_f$ , il faut obtenir une relation, complémentaire de celle obtenue juste avant, entre la tension du capteur et le déplacement. Cette relation est possible à avoir avec la platine de déplacement et sans contact avec le capteur de déplacement. À partir de la relation  $F = kd$  et en connaissant  $F$  et  $d$ , on est en mesure d'obtenir  $k$ , la raideur du système. Cette raideur se compose de la raideur de tous les objets entre la platine de déplacement et le capteur de force (système visible sur le schéma de la figure III.2). Tout ces éléments sont en série. On peut donc calculer la raideur du système (l'inverse de la raideur du système vaut la somme des inverses des raideurs des supports et du ressort du capteur de force). Les supports sont fait en dural et ont des épaisseurs grandes par rapport à celle du ressort ce qui permet de négliger leurs

raideurs par rapport à celle du ressort. Ainsi, la raideur du système vaut celle du ressort du capteur de force et vaut  $k_f=362$  N/m.

### III.2 Principes

Le test actuellement mis en place consiste à déplacer, verticalement et à vitesse contrôlée, une lentille sphérique sur une surface afin de suivre l'évolution du contact (figure III.2). L'interfaçage de l'expérience est fait avec labview<sup>®</sup> par le service Elinstru (électronique et instrumentation) du laboratoire.

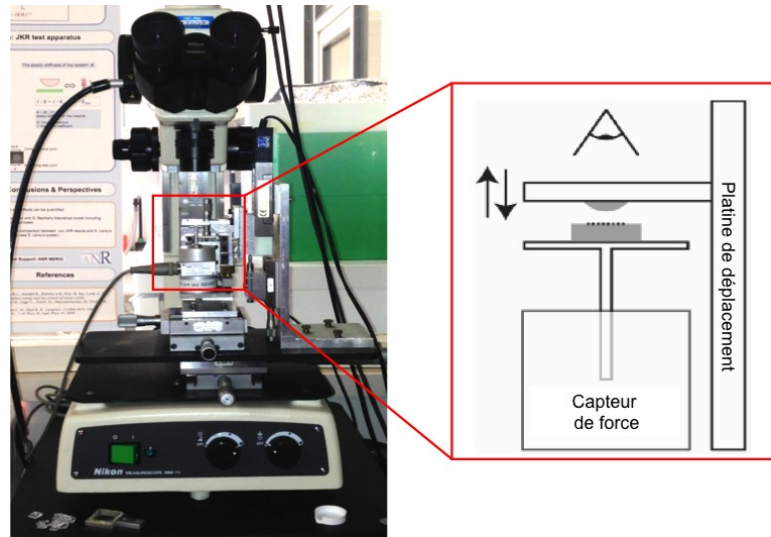


FIGURE III.1 – Le test JKR avec sa représentation schématique.

À noter, lors des expériences, l'humidité de la salle est maintenue inférieure à 60 % pour garder un contact sec entre la lentille et les surfaces à tester [12].

Dans un premier temps, lors de la charge (ou descente), le contact entre la lentille et la surface s'effectue par succession d'étapes de déplacement-relaxation. Chaque étape commence par un déplacement de  $4 \mu\text{m}$  à la vitesse de  $10 \mu\text{m/s}$  choisie arbitrairement. La distance entre les paliers est celle permettant de lancer l'expérience sans contact préalable tout en étant la plus petite possible. Ainsi, on a assez de données tout en ayant un temps d'expérience raisonnable. Ce déplacement est suivi par une période de relaxation pendant un temps suffisant pour atteindre un état quasi statique où à la fois la force et l'aire de contact deviennent constantes. L'aire de contact met plus de temps que la force pour se stabiliser. C'est donc cette relaxation qui est le paramètre limitant.

Dans un second temps, la lentille et la surface sont séparées lors d'une phase de décharge (ou montée) avec le même processus. Cependant, le système a besoin d'un temps de relaxation plus important. Durant ces deux phases, les valeurs de la force normale et du déplacement ainsi que les images sont enregistrées pendant les phases de relaxation uniquement.

Le temps de relaxation varie selon la distance entre les paliers, les objets en contact et s'il y a création ou séparation du contact. Afin de définir proprement ce temps, une première expérience est réalisée avec un temps d'attente long (30 minutes) pour observer l'évolution de la relaxation du contact à chaque palier pour les différentes aires de contact. Cette expérience a été effectuée sur une surface lisse, une surface texturée de PDMS (élastique) et une surface texturée d'Araldite<sup>®</sup> 2020. En regardant les images du contact lors de la relaxation, on s'aperçoit que le contact semble se stabiliser pour une attente de 2 minutes en charge et de 5 minutes en décharge, quelle que soit la nature du contact. On effectue donc les expériences avec ces temps de relaxation. On trace ensuite les courbes de force en fonction du rayon de contact (figure III.2). Un moyen simple de tester si le temps de relaxation choisi est correct est d'effectuer occasionnellement la même expérience en prenant un temps de contact par palier plus long de 10 minutes. Si les courbes se superposent pour les deux temps de relaxation, c'est

que le contact est bien à l'équilibre. Pour avoir les durées d'expérience les plus courtes, le temps de relaxation le plus court est choisi pour faire les expériences et vaut donc 2 minutes pour la charge et 5 minutes pour la décharge.

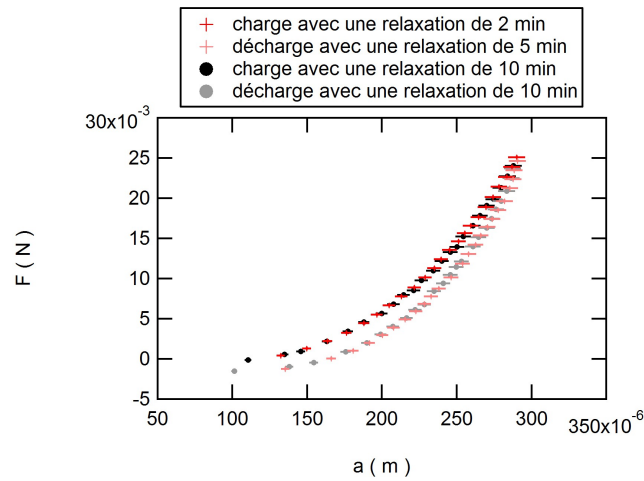


FIGURE III.2 – La force normale en fonction du rayon de contact pour deux relaxations différentes. Les courbes se superposant, on utilise donc pour les expériences les temps de relaxation les plus courts.

Le déplacement entre la lentille et la surface  $\delta$  est connu à partir du déplacement de la lentille  $\Delta$  et du déplacement de la platine  $\delta_{\text{pla}}$  [10] :

$$\delta = \Delta - \delta_{\text{pla}} \quad (\text{III.1})$$

Avec  $\delta_{\text{pla}} = F/k_F$  puisque le comportement est parfaitement linéaire. La théorie de JKR permet de relier l'évolution de la force de charge  $F_{n,c}$  ou de la force de décharge  $F_{n,d}$  avec le rayon de contact  $a$  mais aussi de relier le déplacement  $\delta$  entre la lentille et la surface avec le rayon du contact au moyen des équations JKR (II.32) et (II.34). Les courbes de force et du déplacement en fonction du rayon de contact sont visibles sur la figure III.3.

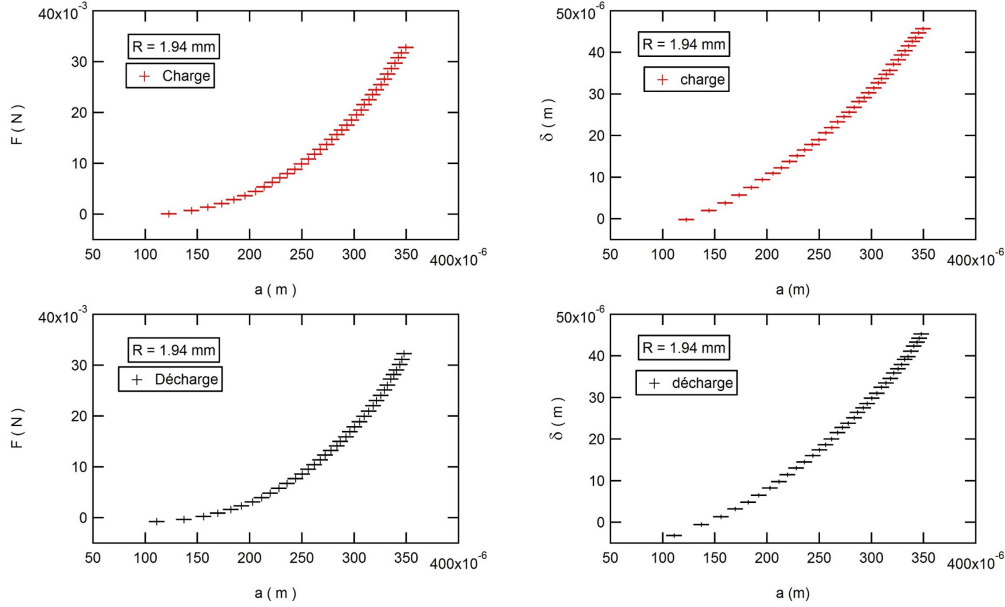


FIGURE III.3 – Courbes expérimentales faites avec un test JKR pour un contact lisse et mou. À gauche, les courbes de force en fonction du rayon de contact. À droite, les courbes du déplacement en fonction du rayon de contact. Les deux graphes du haut ont été obtenu lors de la charge et ceux du bas lors de la décharge.

Pour simplifier la visualisation de ces équations et faciliter l'extraction des grandeurs  $W$ ,  $G$  et  $K$ , il est préférable d'écrire les équations précédentes comme ci-dessous :

$$\tilde{F} = K\tilde{a} - \sqrt{WK} \quad (\text{III.2})$$

$$\tilde{F} = K\tilde{a} - \sqrt{GK} \quad (\text{III.3})$$

$$\tilde{\delta} = \tilde{a} - \sqrt{\frac{4\pi W}{9K}} \quad (\text{III.4})$$

$$\tilde{\delta} = \tilde{a} - \sqrt{\frac{4\pi G}{9K}} \quad (\text{III.5})$$

On peut remarquer qu'en traçant la pseudo-force  $\tilde{F} = F/\sqrt{6\pi a^3}$  ou le pseudo-déplacement  $\tilde{\delta} = \delta/\sqrt{6\pi a}$  en fonction du pseudo-rayon de contact  $\tilde{a} = a^{3/2}/(R\sqrt{6\pi})$ , les équations JKR (II.32) et (II.34) deviennent linéaires et peuvent être représentées par des droites dont la pente vaut  $K$  (ou 1) pour  $\tilde{F}(\tilde{a})$  (ou  $\tilde{\delta}(\tilde{a})$ ) que ce soit pour la charge ou la décharge. L'ordonnée à l'origine permet d'accéder au travail thermodynamique d'adhésion  $W$  pour la charge et au taux de restitution de l'énergie d'adhésion  $G$  pour la décharge. La théorie JKR définit le déplacement  $\delta$  de la lentille par rapport à la surface en fonction du rayon de contact et de la force normale avec comme origine le premier contact entre les deux objets. Expérimentalement, l'origine du contact se fait dans un palier de distance  $4 \mu\text{m}$ . Ainsi, on a une incertitude sur l'origine des déplacements dans les expériences qui nécessite un ajustement de ce dernier  $\delta_{aju}$  dans l'équation (III.1) tel que :

$$\delta = \Delta - \delta_{pla} + \delta_{aju} \text{ avec } 0 < |\delta_{aju}| < 4 \mu\text{m} \quad (\text{III.6})$$

En vérifiant que les données expérimentales suivent les deux équations de la théorie JKR comme pour un contact lisse visible sur la figure III.4, l'étude de l'adhésion par rapport à la rugosité de surface pourra être faite proprement.

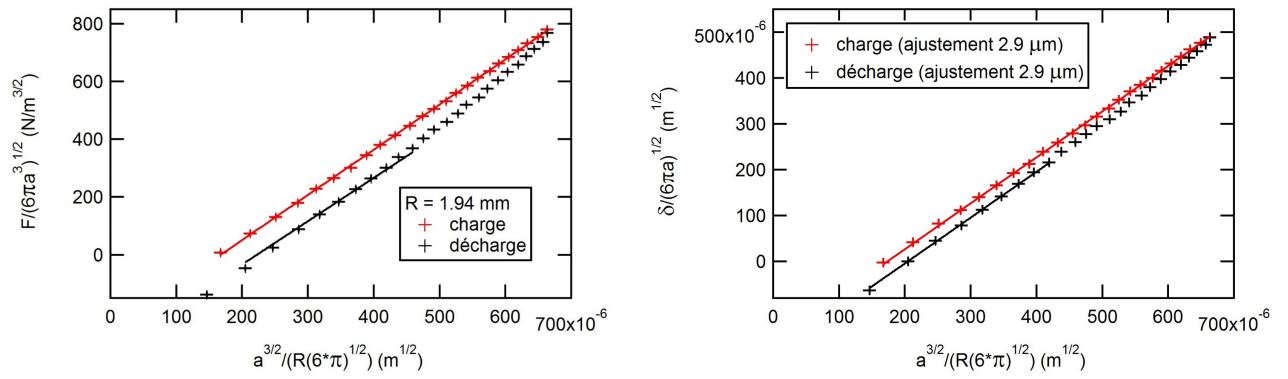


FIGURE III.4 – À gauche, la pseudo force en fonction du pseudo rayon de contact pour un contact lisse avec le modèle JKR. À droite, le pseudo déplacement en fonction du pseudo rayon de contact pour un contact lisse avec le modèle JKR. Ces expériences ont été faites avec la lentille  $L_1$  du tableau I.1. Le module effectif du système  $K$  vaut  $1.41 \pm 0.35 \text{ MPa}$ ,  $W$  vaut  $47 \pm 5 \text{ mJ.m}^{-2}$  et  $G$  vaut  $95 \pm 5 \text{ mJ.m}^{-2}$ .



# Chapitre IV

## Résultats expérimentaux

Dans ce chapitre, on expose les résultats obtenus avec le test JKR décrit dans le chapitre précédent. Tout d'abord, on présente quelques résultats en contact lisse qui permettent de valider le dispositif expérimental et l'analyse. Puis, on développe les résultats obtenus lors de la charge sur des contacts texturés pour finir sur ceux obtenus lors de la décharge pour ces mêmes contacts. Les expériences ont été faites avec la lentille  $L_1$  pour les contacts mous et  $L_2$  pour les contacts durs de la table I.1.

### IV.1 Cas de référence : lentille lisse/surface lisse

En traçant les données obtenues avec le test JKR, il est possible de mesurer le travail thermodynamique d'adhésion  $W$ , le taux de restitution de l'énergie  $G$  et le module effectif du système  $K$ . Dans une représentation  $F(a)$ , les courbes de charges et de décharges, non linéaires, semblent suivre la même dépendance comme on le voit sur les graphes du haut de la figure IV.1.

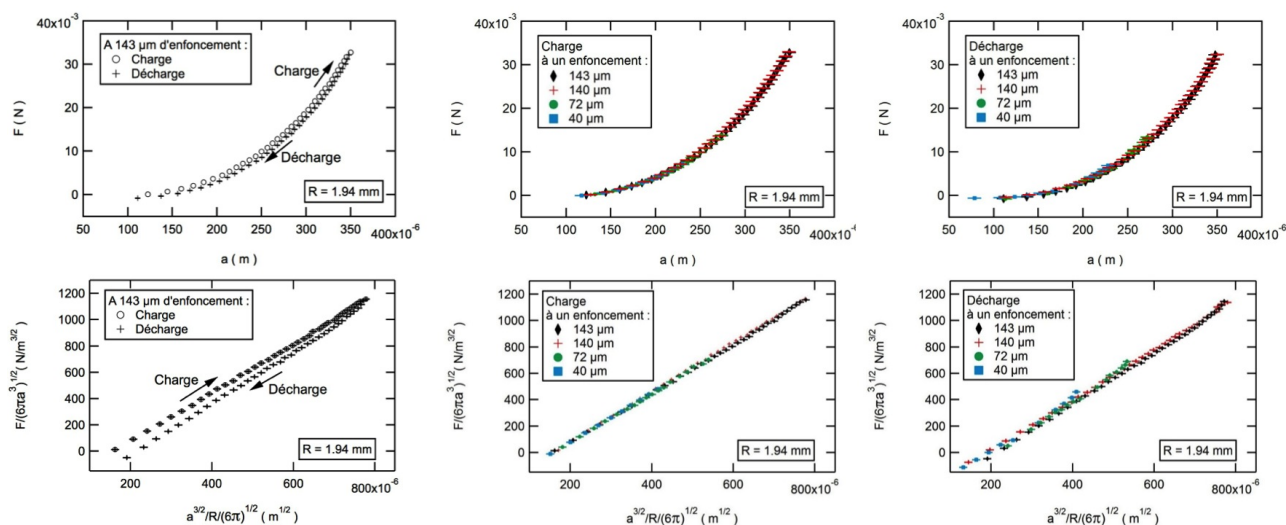


FIGURE IV.1 – En haut, courbes de force en fonction du rayon de contact. En bas, courbes de pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact. À gauche, expérience pour un enfoncement lors de la charge et de la décharge entre une lentille et un contact lisse. Au milieu, expérience lors de la charge pour différents enfoncements entre une lentille et un contact lisse. À droite, expérience lors de la décharge pour différents enfoncements entre une lentille et un contact lisse.

En traçant  $\tilde{F}(\tilde{a})$  (graphes du bas de la figure IV.1), on observe des droites en accord avec la renormalisation prévue par la théorie JKR permettant d'extraire  $K$  (la pente),  $W$  et  $G$  (à partir des origines). On peut observer, sur la figure IV.1, qu'après une charge parfaitement linéaire, la décharge commence d'abord par s'effectuer non linéairement sur une courte période puis évolue de nouveau linéairement avec une pente identique à la charge mais une ordonnée à l'origine différente, ce qui est caractéristique d'un taux de restitution de l'énergie différent du travail thermodynamique. Durant les



expériences, des charges à différents enfoncements maximums ont été faites et sont représentées sur la figure IV.1. On peut voir que les expériences sont reproductibles sur cette même figure IV.1 puisque toutes les courbes de charge et toutes les parties linéaires des décharges se superposent.

Durant les expériences, l'utilisation de deux lentilles différentes a été nécessaire. Les deux lentilles n'étant pas rigoureusement les mêmes,  $W$ ,  $G$  et  $K$  peuvent être légèrement différents comme on peut le voir sur la figure IV.2. De plus, les expériences ont été faites à différents moments après la fabrication des échantillons et à des températures ambiantes différentes, le module effectif  $K$  peut donc varier légèrement entre les différentes expériences mais reste dans les incertitudes (0.25 MPa pour un contact dur et 0.35 MPa pour un contact mou car l'incertitude du module élastique vaut 0.2 MPa). Les caractéristiques des deux lentilles utilisées ( $L_1$  et  $L_2$ ) sont répertoriées dans le tableau I.2.5. Le module effectif  $K$  vaut respectivement  $2.6 \pm 0.3$  MPa pour la lentille 1 ( $R = 1.94 \pm 0.05$  mm) et  $3.4 \pm 0.3$  MPa pour la lentille 2 ( $R = 2.7 \pm 0.05$  mm) en contact avec une surface dure adsorbée de PDMS. Le module effectif  $K$  entre la lentille 1 et la surface molle lisse où il y a la texturation vaut 1.41 MPa.

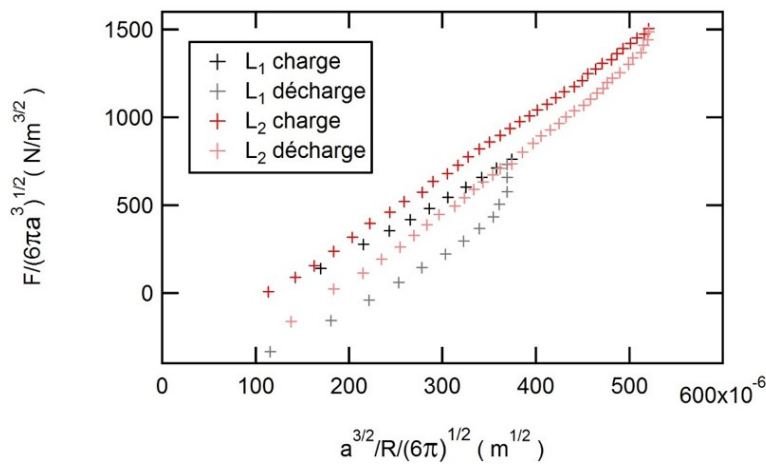


FIGURE IV.2 – Courbes JKR pour deux contacts sphériques avec un plan dur adsorbé de PDMS et lisse. Elles représentent la pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact. Les pentes valent le module effectif des systèmes (et donc proportionnelles au module effectif des lentilles) et les origines permettent de remonter à  $W$  pour la charge et  $G$  pour la décharge.

Ainsi, durant les expériences, le travail thermodynamique  $W$  varie entre 45 et 47  $\text{mJ.m}^{-2}$  et les taux de restitution de l'énergie entre 90 et 110  $\text{mJ.m}^{-2}$ .

## IV.2 Lentille lisse/surface texturée : Expériences de charge

Selon la force normale qui s'applique sur la surface texturée, deux types de contact peuvent être observés comme on le voit sur la figure IV.3 :

- Soit le contact est posé, c'est-à-dire que la lentille est en contact uniquement avec le sommet des plots (côté gauche de la figure IV.3).
- Soit le contact est mixte. À l'intérieur du contact mixte, on est dans la zone de contact intime : les plots sont écrasés et la lentille est en contact avec le substrat entourant les plots. Il n'y a quasiment pas d'air emprisonné dans le contact et l'absence de saut d'indice rend les plots quasiment invisibles. Le contact intime reste cependant entouré d'un contact posé à la périphérie du contact (côté droit de la figure IV.3).

Quand il y a contact mixte, il existe toujours une couronne de contact posé quelle que soit la géométrie de la texturation. Cette couronne est due au profil de distribution des contraintes dans un contact sphère/plan adhésif [19]. En effet, la théorie du contact adhésif prévoit que le bord du contact est en traction entraînant ainsi un contact posé permanent sur une distance donnée. Pour un contact lisse, le début de la traction commence à un rayon de contact de  $a_t$ . Ce rayon de contact  $a_t$  est obtenu

par la résolution de l'équation (II.23) égale à 0 en  $r = a_t$  :

$$a_t = \sqrt{\left(1 - \frac{R}{3} \sqrt{\frac{6\pi W}{Ka^3}}\right)a} \quad (\text{IV.1})$$

Pour un rayon de courbure de la lentille de 1.94 mm, un module effectif de 1.41 MPa, un travail thermodynamique d'adhésion de 0.045 J/m<sup>2</sup> et un rayon de contact de 150 μm,  $a_t$  vaut 85.1% du rayon de contact, soit à une distance de 22.4 μm de la ligne de contact. Cette distance étant de l'ordre de grandeur de l'espacement entre les plots, il est donc naturel d'avoir une zone de contact posé permanente à la périphérie du contact. Évidemment, ceci suppose que la distribution des contraintes de type JKR s'applique. Nous reviendrons largement sur cette hypothèse.

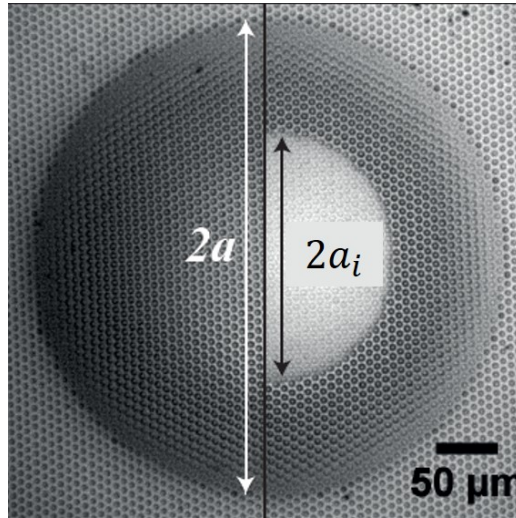


FIGURE IV.3 – À gauche le contact apparemment (uniquement posé ici) de rayon  $a$  et, à droite le contact mixte juste après la transition de rayon de contact intime  $a_i$  pour un contact mou (avec la lentille  $L_1$ ). La surface texturée est celle où  $\phi$  vaut 0.226 ( $d$  vaut 6 μm,  $i$  vaut 12 μm et  $h$  vaut 2.3 μm).

#### IV.2.1 Transition de contact : Définition d'une force seuil

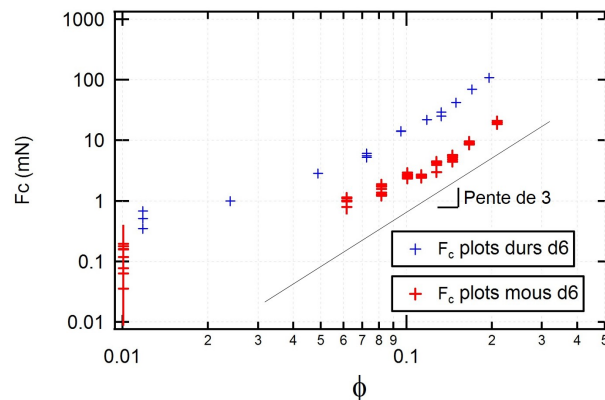


FIGURE IV.4 – La force seuil  $F_c$  en fonction de  $\phi$ . Elle croît avec  $\phi$ .

La transition du contact posé au contact mixte correspond à une certaine valeur de la force normale nommée force seuil  $F_c$ . L'étude de cette transition est possible en quantifiant l'évolution de cette force seuil en fonction du paramètre  $\phi$  (défini par l'équation (I.12)) comme sur la figure IV.4. Cette force seuil est relevée en effectuant sur une même surface, différentes expériences à différents enfoncements

maximums. On relève alors les données à la transition sur chacune des expériences afin d'avoir une statistique suffisante de la mesure de  $F_c$ . On peut constater sur la figure IV.4 que cette force croît avec le paramètre  $\phi$  en suivant le même comportement (même pente locale) que les plots soient mous ou durs. Cependant  $F_c$  est plus grande d'environ une décade pour les plots durs par rapport à sa valeur pour les plots mous. Si l'on ne prend pas en compte les données pour des petits  $\phi$  ( $\phi < 0.3$ ), on peut observer une tendance sous forme de loi de puissance entre  $F_c$  et  $\phi$  avec un exposant proche de 3.

Après ce seuil, quand on trace le rayon de contact apparent,  $a$  et celui du contact intime,  $a_i$ , en fonction de l'enfoncement,  $\delta$ , comme sur la figure IV.5, on remarque que l'évolution du contact intime tend à rattraper celle du contact apparent en restant toujours inférieur à celui-ci. Ceci est encore plus visible quand on trace le rapport entre le rayon du contact intime et le rayon du contact apparent en fonction de la force normale  $F$ . Ce rapport entre le rayon de l'aire intime sur le rayon de l'aire apparente augmente brutalement à la transition comme on le voit figure IV.5 (en bas). L'amplitude de cette discontinuité est notée  $A$ . Pour des plots mous et durs, on voit que  $A$  augmente quand  $\phi$  diminue. Pour des  $\phi$  équivalents (0.101 pour les plots mous et 0.096 pour les plots durs), le rapport des rayons de contact est plus grand pour un contact mou que pour un contact dur.

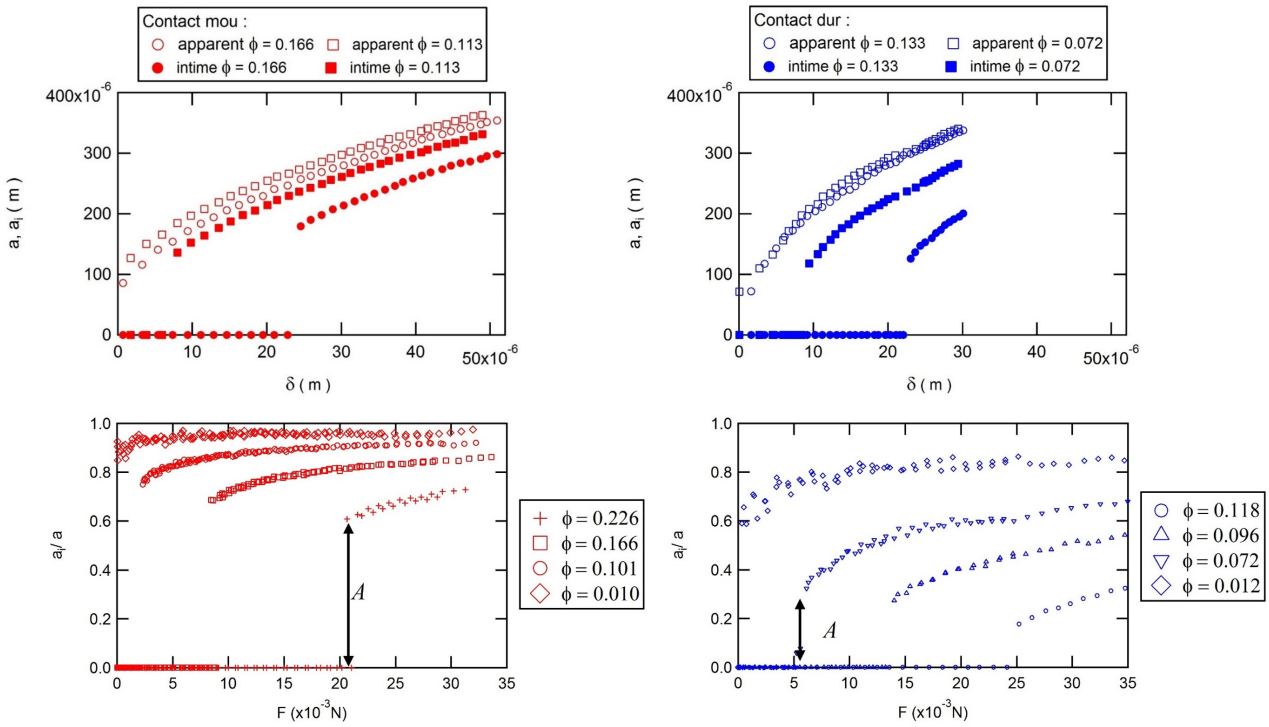


FIGURE IV.5 – En haut : évolutions des rayons de contact apparent et intime en fonction du déplacement avec des plots mous (à gauche) et des plots durs (à droite). En bas : évolution du rapport entre le rayon de contact intime et le rayon de contact apparent en fonction de la force  $F$ .

Pour mieux observer comment évolue  $A$  selon les géométries des surfaces texturées, on peut tracer  $A$  en fonction du paramètre  $\phi$  comme sur la figure IV.6.

Ainsi, on met clairement en évidence l'augmentation de  $A$  quand  $\phi$  diminue. On peut également constater sur cette figure que la valeur de  $A$  semble indépendante du diamètre des plots dans une représentation en fonction de  $\phi$ . Nous reviendrons dans le chapitre suivant sur la détermination de la force seuil et de la valeur de  $A$ .

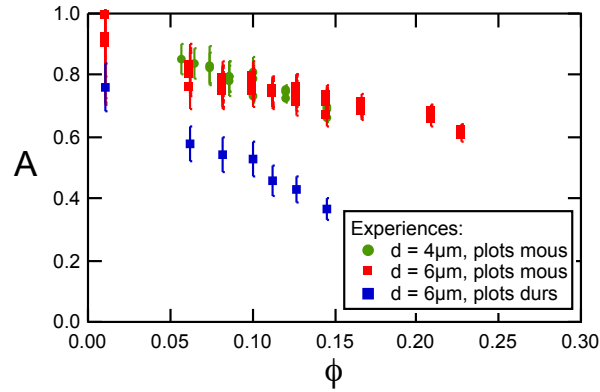


FIGURE IV.6 – Courbe du saut  $A$  en fonction de  $\phi$ . Les données pour le diamètre de plot  $4 \mu\text{m}$  ont été obtenues par S.Levannier au cours d'un stage de M2.

### IV.2.2 Évolution de la force en fonction du rayon de contact

#### Forte densité de plots sous le contact : $\phi \geq 0.5$

Pour des valeurs de  $\phi$  élevées, les limites de l'expérience ne permettent pas d'accéder au contact mixte. On obtient donc uniquement des courbes de pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact en contact posé. Sur la figure IV.7, quand la pseudo-force est tracée en fonction du pseudo-rayon de contact, les courbes sont droites avec un module effectif  $K = 1.37 \text{ MPa}$  qui est quasiment le même que pour un contact lisse ( $K = 1.41 \text{ MPa}$ ). De plus, quand on veut extraire une énergie d'adhésion lors de la charge  $W_{\text{eff}}$ , on s'aperçoit qu'il n'est pas égal à celle d'un contact lisse (de l'ordre de  $5 \text{ mJ/m}^2$  au lieu de  $46 \text{ mJ/m}^2$  pour les substrats lisse et mous). Les courbes de pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact sont donc décalées par rapport à un contact lisse, qu'elles soient faites entre une lentille et une texturation dure ou molle (les courbes pour un contact lisse sont visibles sur la figure IV.1). En supposant que les équations de JKR sont valables car le module effectif du système n'évolue pas avec le rayon de contact, on pourrait donc en extraire un travail thermodynamique d'adhésion  $W_{\text{eff}}$  en ajustant les données à l'aide de l'équation JKR (équation (II.32)).

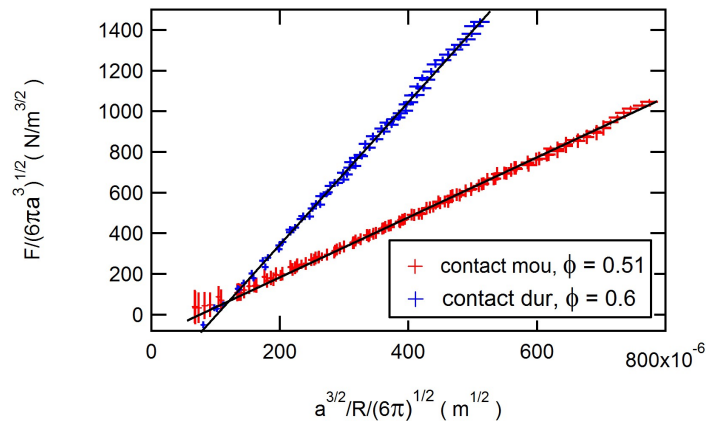


FIGURE IV.7 – Courbes JKR d'un contact sphère/surface texturé ( $\phi = 0.51$ ) pour une surface molle (points en rouge) et une surface dure (points en bleu).

#### Faible densité de plots sous le contact : $\phi \rightarrow 0$

À partir d'une valeur de  $\phi$  très petite, proche de 0.01 pour les texturations molles (encore plus petite pour les texturations dures), les limites de l'expérience ne permettent pas d'accéder au contact

posé à cause de la résolution des capteurs de force et de déplacement. De plus, les expériences sur des surfaces dont  $\phi$  est inférieur à 0.01 ne sont pas facilement analysables à cause de l'incertitude sur la mesure du rayon de contact apparent car il y a très peu de plots sous le contact. Comme on voit sur la figure IV.8, quand la pseudo-force est tracée en fonction du pseudo-rayon de contact, les courbes sont droites avec un module effectif  $K$  qui vaut 1.41 MPa (celui d'un contact lisse et mou). Comme pour le cas  $\phi \geq 0.5$ , les courbes sont décalées par rapport au contact lisse donnant un travail thermodynamique d'adhésion  $W_{\text{eff}}$  différent de celui du lisse (80 au lieu de 46 mJ/m<sup>2</sup> pour un contact mou par exemple). Toujours comme dans le cas précédent, en supposant que les équations de JKR sont valables car le module effectif du système ne change pas, on pourrait extraire une valeur du travail thermodynamique d'adhésion  $W_{\text{eff}}$  en ajustant les données à l'aide de l'équation JKR (équation (II.32)).

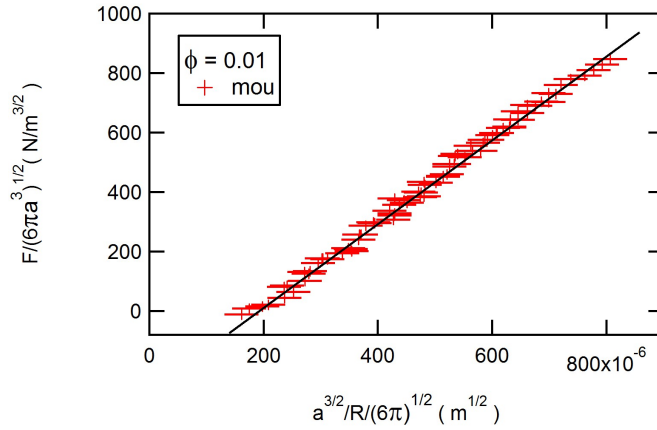


FIGURE IV.8 – Courbes JKR d'un contact sphère/surface molle ( $\phi = 0.01$ ). La pente des surfaces lisses (en droite noire) et de la surface  $\phi = 0.01$  sont les mêmes.

### Densité de plots intermédiaire sous le contact : $\phi$ compris entre 0.01 et 0.5

Pour des valeurs de  $\phi$  comprises entre 0.01 et 0.5 pour des contacts mous et durs, on observe un régime intermédiaire. Les observations dans ce régime se font avec un décalage dans les valeurs de  $\phi$  entre un contact mou et dur car la force seuil n'arrive pas à la même valeur de force normale. Ainsi, les comparaisons se feront entre des courbes dont le paramètre  $\phi$  sera plus petit pour le contact dur par rapport au contact mou.

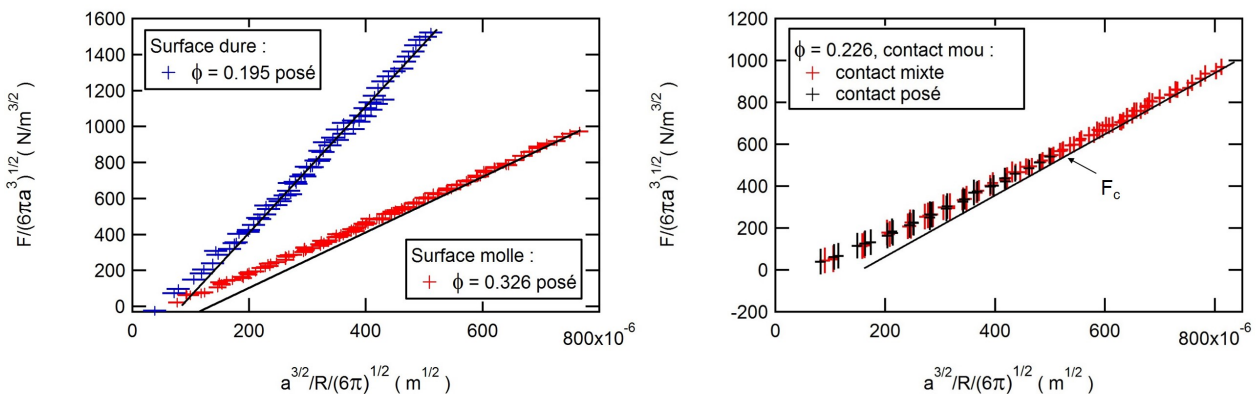


FIGURE IV.9 – Courbes JKR d'un contact sphère/surface texturée molle (points en noirs et en rouges) et dure (points en bleus). La pente des surfaces lisses (en droite noire) est retrouvée à grandes aires de contact. La force seuil  $F_c$  est visible sur la figure de droite.

Quand on fait diminuer  $\phi$  à partir de 0.5, on observe pour ces valeurs une non-linéarité que le contact soit posé ou mixte comme on le voit sur la figure IV.9. Cette non-linéarité évolue très lentement à tel

point que l'on pourrait faire passer une droite de pente (donc de raideur effective) plus faible que celle d'une surface lisse, indiquant ainsi une augmentation de la complaisance du substrat texturé. Cette non-linéarité semble s'atténuer grandement lors du passage de la force seuil en restant tout de même visible bien au-delà. La pente locale à grande aire de contact semble donc atteindre une asymptote dont la pente est identique à celle d'un contact lisse. De plus, pour un contact posé et à petit rayon de contact, on observe que les courbes entre le contact dur et mou convergent vers les mêmes points à petites forces normales.

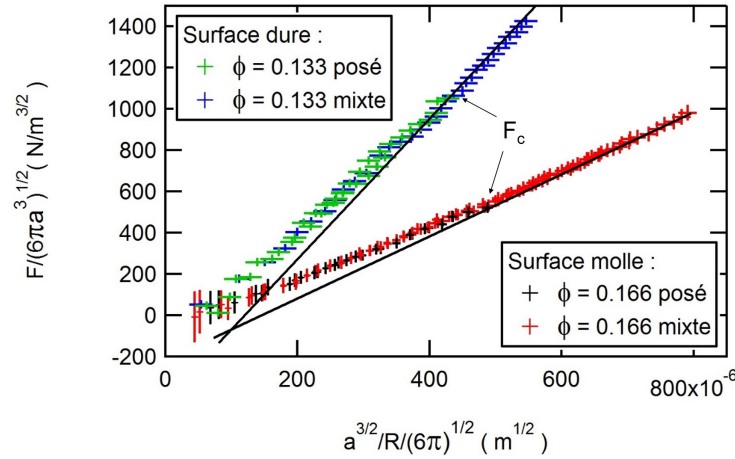


FIGURE IV.10 – Courbes JKR pour un contact sphère/surface texturée molle et dure. La pente des surfaces lisses (en droite noire) est retrouvée sur les dernières données de l'expérience. La force seuil  $F_c$  est visible sur la figure.

Quand on diminue encore  $\phi$ , on observe toujours une non-linéarité plus marquée comme on le voit sur la figure IV.10. Cette non-linéarité est caractérisée par une courbure qui, sur la fin des expériences, tend vers une droite de pente identique à celle d'un contact lisse. On observe également que pour des petits rayons de contact, les données pour un contact dur et mou semblent se superposer en vue des incertitudes.

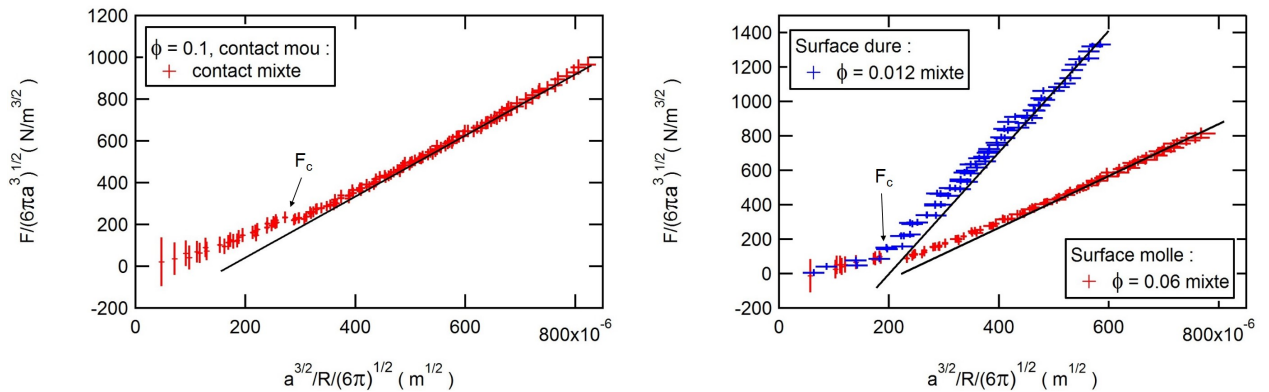


FIGURE IV.11 – Courbes JKR d'un contact sphère/surface texturée molle et dure. La pente des surfaces lisses (en droite noire) est la même que dans le cas d'un contact mixte. La force seuil  $F_c$  est visible sur la figure. La transition vers un contact mixte est accompagnée par un épaulement bien visible sur la courbe de gauche. Cet épaulement est appelé décalage dans le texte.

Quand on regarde ce qui se passe pour des  $\phi$  petits dans ce régime, comme on le voit sur la figure IV.11, on observe un décalage lors de la transition entre le contact posé et le contact mixte durant l'expérience en plus de la non-linéarité des courbes. On se rend compte également que l'expérience se passe en majeure partie en contact mixte. La pente du contact lisse est retrouvée dans ce contact mixte

car l'évolution du contact se fait essentiellement avec le déplacement du contact intime (le rapport des rayons  $a_i/a$  est de 90 % pour un contact mou et de 80% pour un contact dur comme on l'a vu sur la figure IV.5). Ainsi, pour le contact mixte, on peut être tenté d'obtenir un travail d'adhésion  $W_{\text{eff}}$  en utilisant la zone où l'on retrouve la raideur d'un contact lisse.

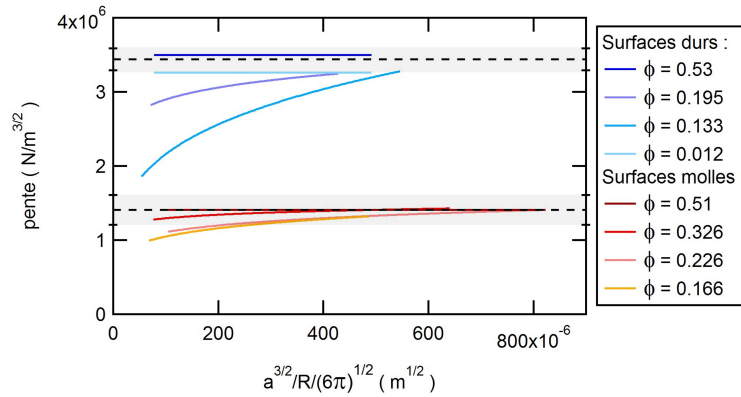


FIGURE IV.12 – Pente locale des courbes de pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact. Les données expérimentales ont été ajustées par une loi de puissance. La pente d'un contact lisse est la droite vers laquelle tendent les ajustements des données (droite en pointillé noir pour un contact mou et dur). La bande grise est l'incertitude de  $K$ .

Une autre façon d'observer si la courbure de ces courbes non linéaires tend bien vers la pente d'un contact lisse est de regarder comment évolue la pente locale de la force en fonction du pseudo-rayon de contact comme cela est tracé sur la figure IV.12. On observe bien que les courbes de pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact tendent vers un module effectif qui vaut celui d'un contact lisse ce qui confirme encore nos remarques précédentes.

**Conclusion partielle** Pour finir sur ce régime intermédiaire de  $\phi$ , en première approximation et pour un contact texturé, le système a un module effectif identique à celui d'un contact lisse pour des grandes aires de contact. À première vue, les équations JKR semblent être utilisables à grandes aires de contact où l'on peut avoir suffisamment de données pour retrouver le module effectif  $K$  identique à celui du lisse. On peut donc définir un travail d'adhésion  $W_{\text{eff}}$  associé à un contact texturé comme on l'a fait pour des  $\phi$  inférieurs à 0.01 et supérieurs à 0.5. Étant donné que les expériences se font avec différents enfoncements, il est possible de déterminer un travail d'adhésion pour un contact mixte et pour un contact posé à condition d'avoir un module effectif égal à celui du lisse dans les deux parties. Quand il n'y a plus assez de plots sous le contact, le contact mixte apparaît rapidement et il n'est pas possible d'avoir le travail d'adhésion pour le contact posé car l'expérience ne permet pas de mesurer des rayons de contact suffisamment faibles pour l'obtenir.

### IV.3 Lentille lisse/surface texturée : Expériences de décharge

L'étude de la décharge se fait de la même façon que la charge, c'est-à-dire en utilisant le module effectif obtenu lors de la charge du lisse pour avoir le taux de restitution de l'énergie d'adhésion  $G_{\text{eff}}$ .

#### IV.3.1 Contact posé

Pour le contact posé, comme on le voit sur la figure IV.13, les courbes ressemblent souvent aux courbes obtenues en contact lisse avec le même module effectif  $K_{\text{eff}}$  et un taux de restitution de l'énergie d'adhésion  $G_{\text{eff}}$  à l'origine différent de celui d'un cas lisse (67 au lieu de 95 mJ/m<sup>2</sup> pour un contact mou par exemple). Comme on l'a vu dans la section précédente, les courbes de charge sont décalées par rapport aux courbes d'un contact lisse ce qui entraîne un décalage pour les courbes en décharge entre un contact texturé et un contact lisse. De plus, le début de la décharge à contact constant dure

plus longtemps pour un contact texturé que pour un contact lisse, ce qui augmente le décalage entre les courbes de décharge d'un contact texturé et les courbes de décharge d'un contact lisse (les courbes d'un contact lisse pour la décharge sont visibles sur la figure IV.1). On remarque aussi que pour un contact dur, la décharge commence à rayon de contact constant et tend vers une pente qui est celle du contact lisse (la pente du contact lisse est la droite noire sur la figure IV.13). Pour un contact mou, la décharge commence également à aire de contact constante mais est plus abrupte dans son comportement.

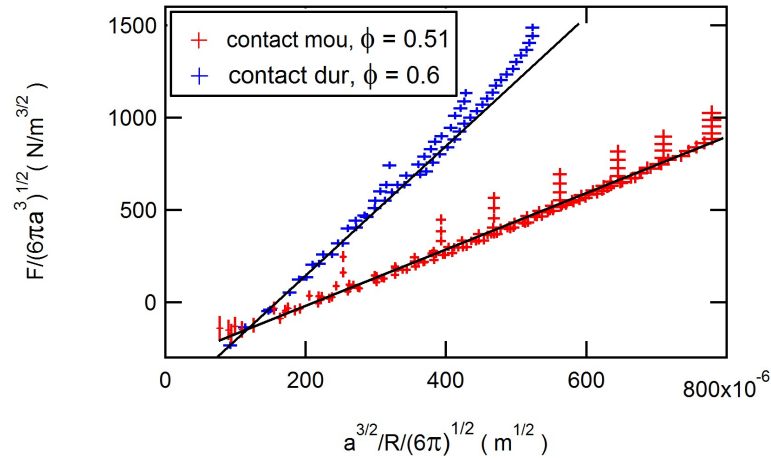


FIGURE IV.13 – La pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact pour des plots durs et mous. Le module effectif est le même que lors de la charge et du contact lisse (trait noir).

### IV.3.2 Contact mixte

Lors de la décharge, si la transition a été passée à la charge, il est très rare d'observer une transition inverse à la décharge entre le contact mixte et le contact posé. La force seuil pour transiter à la décharge est observable sur la figure IV.14 quand elle a été franchie. En regardant l'évolution de la force seuil à la charge et à la décharge, il semble que pour un contact sur les surfaces dures, son évolution à la décharge soit compatible avec une loi de puissance avec un exposant proche de 3 comme à la charge. Pour un contact mou, la force seuil mesurée lors de la décharge a de grandes incertitudes. Elle semble tendre vers la même valeur quand  $\phi$  diminue.

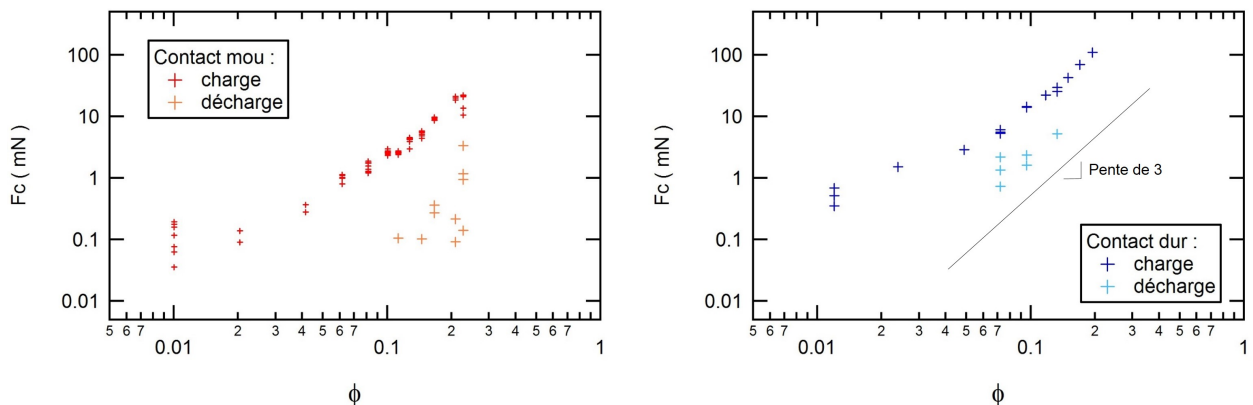


FIGURE IV.14 – Force seuil en fonction de  $\phi$  à la charge et à la décharge pour un contact mou (à gauche) et un contact dur (à droite) pour l'ensemble des mesurables.



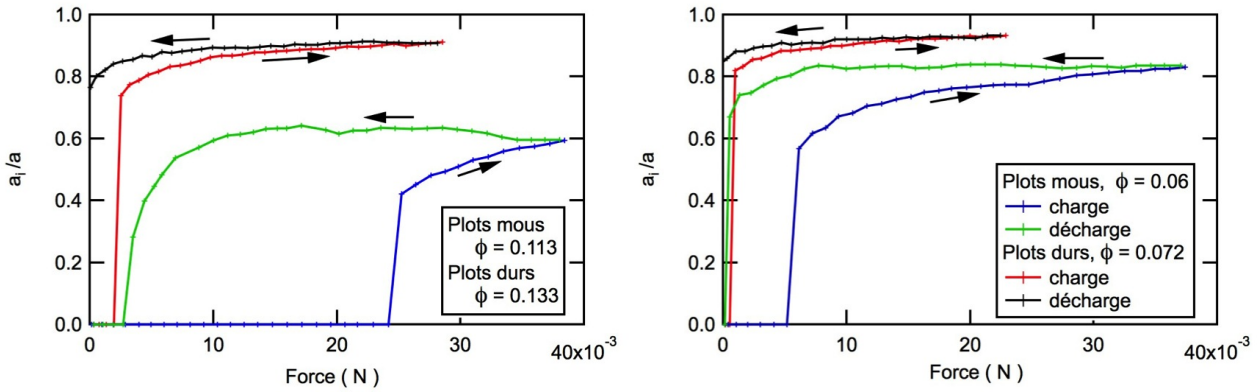


FIGURE IV.15 – Rapport du rayon de contact intime sur le rayon de contact apparent en fonction de la force sur des surfaces texturées dures ou molles. Une hystérèse de contact apparaît empêchant, surtout pour des plots mous, de changer de type de contact lors de la décharge.

Cette valeur semble être une valeur limite de la force seuil. Le supplément d'adhésion créé lors de la création de contact aboutit ainsi à une hystérèse de la transition entre la charge et la décharge que l'on voit sur la figure IV.14 et sur la figure IV.15. Cette hystérèse semble diminuer avec le paramètre  $\phi$  que le contact soit dur ou mou.

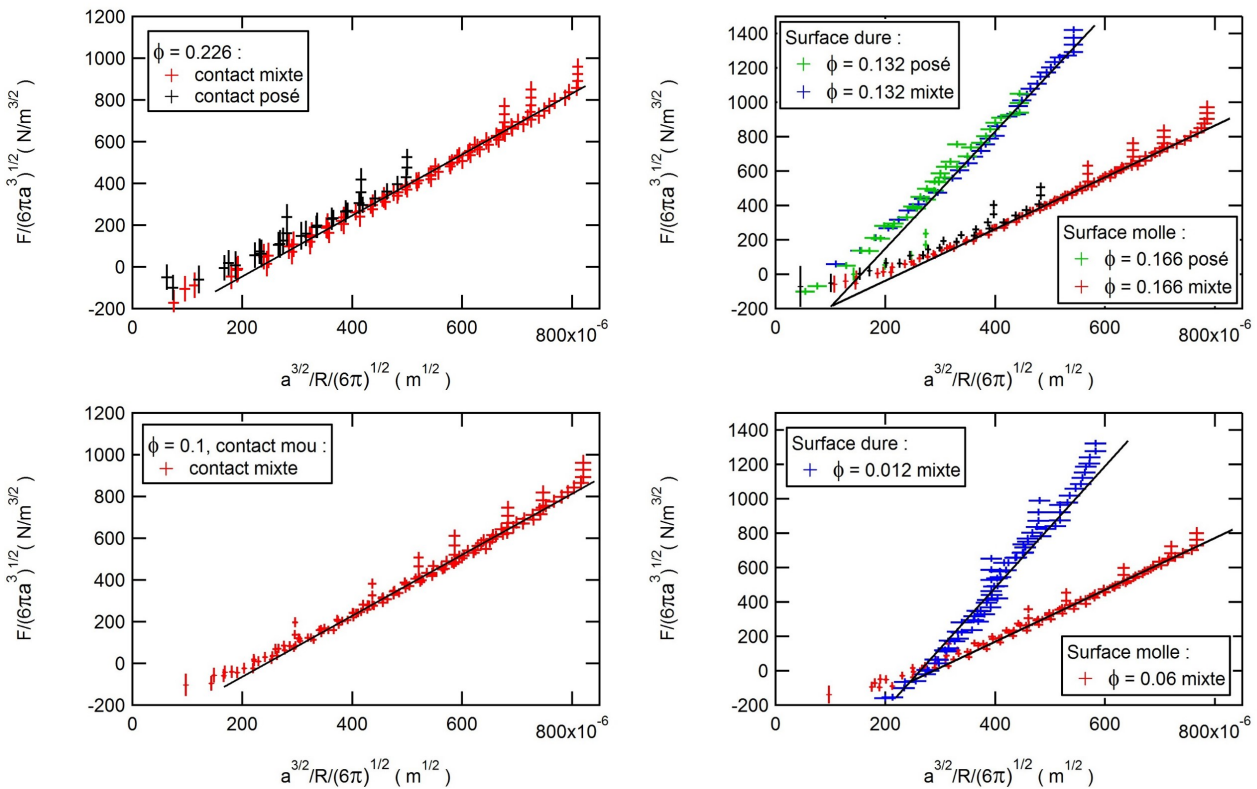


FIGURE IV.16 – La pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact pour des surfaces dures et molles lors de la décharge. Il existe lors de la décharge une non-linéarité, comme lors de la charge. Pour de grands pseudo-rayons de contact, une droite de pente identique à celle d'un contact lisse est observée ce qui permet de mesurer un taux de restitution de l'énergie d'adhésion  $G_{\text{eff}}$ .

**Conclusion partielle.** Lors de la décharge, il semble possible d'analyser les données expérimentales de la même façon qu'à la charge. Plus précisément, on peut extrapoler la partie linéaire des courbes de pseudo force en fonction du pseudo rayon de contact (figure IV.16) afin d'obtenir une valeur effective

du taux de restitution effectif de l'énergie  $G_{\text{eff}}$  en utilisant la partie linéaire des courbes de JKR dans leur représentation linéarisée. Étant donné que les expériences se font avec différents enfoncements, il est possible d'obtenir  $G_{\text{eff}}$  pour un contact mixte et pour un contact posé quand il y a suffisamment de données qui passent par la droite de pente identique à celle d'un contact lisse. Quand il n'y a plus assez de plots sous le contact, il n'est pas possible d'avoir  $G_{\text{eff}}$  pour le contact posé.

#### IV.4 Conclusion

Pour conclure sur les résultats obtenus, on peut observer, pour un contact texturé, deux régimes de contact : un contact posé et un mixte. La transition pendant la charge entre le contact posé et le contact mixte se fait à partir d'une force seuil, noté  $F_c$ , variant avec la géométrie des plots ainsi qu'avec leur module élastique. La transition pendant la décharge entre le contact mixte et le contact posé se fait à partir d'une autre force seuil, mettant en évidence le caractère hystérétique du contact. Cette force de « désempalement » à la décharge dépend aussi de la géométrie des plots pour les surfaces dures mais semble indépendante de  $\phi$  pour les surfaces molles. L'objectif du chapitre suivant devra donc être d'analyser cette force seuil et la formation du contact.

Par ailleurs, nous avons proposé une technique de détermination d'énergies d'adhésion effectives  $W_{\text{eff}}$  et  $G_{\text{eff}}$ . La géométrie de surface a un effet sur les valeurs de  $W_{\text{eff}}$  et  $G_{\text{eff}}$  qu'il serait intéressant de comprendre.



# Chapitre V

## Analyses des résultats et discussions

Dans le chapitre précédent, on a vu les effets de la texturation de surface sur la nature du contact et sur la force normale. À partir d'une certaine force normale appelée force seuil, le contact change de nature : il passe d'un contact posé à un contact mixte créant ainsi des contacts complexes dont l'analyse mécanique ou énergétique est importante pour comprendre le rôle de textures modèles sur l'adhésion et la friction.

Dans ce chapitre, nous essaierons d'analyser les différents résultats présentés dans le chapitre précédent. Dans un premier temps, on présentera un modèle permettant d'expliquer la transition entre le contact posé et le contact mixte qui avait été obtenu avant mon arrivée en thèse. Nous présenterons une extension de ce modèle pour rendre compte du fait qu'après le seuil d'apparition du contact intime, l'aire de celui-ci augmente brutalement pour une valeur finie. L'enjeu de ce chapitre sera ensuite de comprendre dans quelle mesure on peut mesurer des énergies d'adhésion à partir des courbes force/aire de contact présentées précédemment.

### V.1 Description de la mécanique du contact lors de la charge

#### V.1.1 Force seuil $F_c$

Le calcul de la force seuil a été réalisé avant cette thèse par Degrandi *al.* [44]. Pour calculer la force seuil  $F_c$ , qui est la force pour passer d'un contact posé à un contact mixte, il faut étudier comment se forme le contact entre le substrat des plots et la lentille. La force seuil résulte d'un calcul de déformations : la somme des déformations des plots, de la lentille et du substrat sous les plots doit être égale à la hauteur des plots pour passer du contact posé au contact mixte. Le calcul est facilité par la géométrie du réseau hexagonal qui permet de travailler aisément sur les déformations autour d'un plot.



FIGURE V.1 – Déformations visibles sur deux plots avec ses notations.

Pour calculer ces déformations, il est nécessaire de faire quelques hypothèses :

- Pour des plots mous, il y a trois déformations à prendre en compte : la compression du plot  $\delta_p$ , la déformation de la lentille  $\xi_l$  et du substrat entre les plots  $\xi_s$  que l'on a défini schématiquement sur la figure V.1. L'égalité des déformations avec la hauteur des plots  $h$  est donc définie par :

$$\delta_p + \xi_l + \xi_s = h \quad (\text{V.1})$$

- Il n'y a pas de glissement entre les plots et la lentille lors du contact.

- La proximité entre les plots crée une perturbation des déformations de ces derniers appelée couplage entre les plots. Le couplage des plots doit être pris en compte lors de la balance des déformations comme on le voit dans la figure V.2.
- Les plots concentrent les contraintes à leurs sommets.

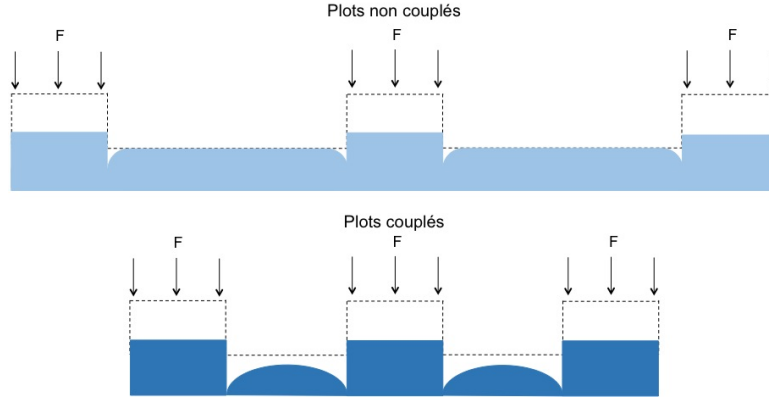


FIGURE V.2 – Déformations étudiées des plots, du substrat et de la lentille soumi à une force  $F$ . En haut, la déformation du substrat autour d'un plot éloigné de ses voisins : plots non couplés. En bas, la déformation du substrat autour d'un plot en prenant en compte les déformations dues à ses voisins qui sont proches : plots couplés.

L'approximation d'élasticité linéaire [45] permet d'écrire simplement la déformation des plots en utilisant la loi de Hooke :

$$\delta_p = \frac{h\sigma_p}{E_p} \quad (\text{V.2})$$

avec  $E_p$  le module d'Young des plots et  $\sigma_p = \sigma(r)/\phi$  la contrainte normale s'appliquant sur un plot avec  $\sigma(r) = F_n(r)/S$  la contrainte normale locale.  $1/\phi$  permet de prendre en compte la concentration de la contrainte normale  $\sigma$  sur les sommets des plots dont le calcul est détaillé dans l'annexe A.2. La définition de la distribution des contraintes sous le contact reste un point à éclaircir. Dans une première approximation, cette distribution est définie comme celle du profil de distribution des contraintes de type Hertz (éq. (II.3)) ou de type JKR (éq. (II.23)). Pour les calculs analytiques, on prendra le profil de Hertz et l'influence de l'adhésion sur la distribution sera prise en compte au travers de simulations numériques.

Afin de pouvoir calculer la force seuil, les indentations de la lentille  $\xi_l$  et du substrat  $\xi_s$  par les plots peuvent être calculées uniquement au centre (où la contrainte est maximale) donnant ainsi les plus grandes déformations locales. Ces indentations peuvent être décrites par la déformation d'un milieu semi-infini incompressible indenté par un poinçon cylindrique déformable à pression constante faisant l'objet de la théorie de Boussinesq décrite dans la section II.1.2. Ce modèle, prédisant les valeurs de  $u_z$  permet aisément de déterminer  $\xi$  comme étant la différence entre la déformation du substrat au bord du plot moins la déformation à l'infini (c'est-à-dire 0 si les plots sont complètement découplés) :

$$\xi_{l,s} = u_z(r = d/2) - u_z(r = \infty) \quad (\text{V.3})$$

avec  $u_z$  les déformations en  $r = d/2$  et à l'infini dues à l'indentation d'un poinçon à contrainte constante pour des plots mous (section II.1.2). Ainsi, les déformations valent :

$$\xi_{l,s} = \frac{2(1 - \nu_{l,s}^2)}{\pi} \frac{d\sigma_p}{E_{l,s}} \quad (\text{V.4})$$

avec  $\nu_{l,s}$  le coefficient de Poisson de la lentille ou du substrat (0.5 pour le PDMS).

Dans le cas de plots durs, la déformation de la lentille doit être décrite par l'indentation d'un poinçon indéformable (à déplacement constant) définie par :

$$\xi_l = \frac{\pi(1 - \nu_l^2)}{2} \frac{d\sigma_p}{E_l} \quad (\text{V.5})$$

Pour calculer la force seuil, il faut commencer par injecter les équations (V.2) et (V.4) dans l'équation (V.1) dans le cas du substrat déformable ou l'équation (V.4) dans l'équation (V.1) dans le cas du substrat indéformable puisque  $\delta_p$  et  $\xi_s$  sont négligeables devant  $\xi_l$ . Pour un profil de type Hertz et avec l'hypothèse de concentration de contraintes ( $\sigma_p = \sigma/\phi$ ,  $\sigma_p = 3/(2\pi\phi)(F_c K^2/(R^2))^{1/3}$ ). En définissant  $E = E_p = E_s$ , la force seuil vaut dans le cas d'une surface déformable :

$$F_c = \frac{R^2}{K^2} \left( \frac{2\pi\phi}{3} \right)^3 \left( \frac{1}{E} + \frac{3d}{2\pi h} \frac{E_l + E}{E_l E} \right)^{-3} \quad (\text{V.6})$$

La force seuil est donc proportionnelle à  $\phi^3$  comme l'a montré Verneuil *et al.* [40] pour un profil de type Hertz, mais peut-être aisément comparée aux données expérimentales sans aucun paramètre ajustable. De plus, on peut voir que cette expression dépend également du rapport  $d/h$ . On comparera donc, par la suite, ce modèle aux dépendances expérimentales en  $\phi^3$  pour des  $h$  et des  $d$  constants.

Lorsque le couplage des plots est pris en compte, les déformations de la lentille entre les plots se calculent sur des distances finies en sommant les déformations induites par l'ensemble des plots sous le contact et ainsi prendre en compte l'ensemble des perturbations :

$$\xi_{l,s} = \sum_k (u_z(r = d/2) - u_z(r = ki/2)) \quad (\text{V.7})$$

Ce calcul se fait numériquement et a été décrit précédemment par Poulard *et al.* [43] en des termes énergétiques et non mécaniques comme ici. Ce couplage n'est donc influencé que par le rapport entre le diamètre des plots  $d$  et l'espacement centre à centre  $i$ . En remarquant que la déformation  $\xi^c$  reste proportionnelle à la déformation non couplée  $\xi$ , on peut définir une courbe maîtresse décrivant le couplage au travers de la fonction  $f_c = \xi^c/\xi$  en fonction du rapport géométrique de la surface  $d/i$ . Cette courbe maîtresse est visible sur la figure V.3 pour différents diamètres  $d$  et pour différents espacements centre à centre  $i$ . Un ajustement de cette courbe maîtresse par une double exponentielle nous donne une expression analytique du couplage respectant les conditions aux limites de  $\xi_c = 0$  quand les plots se touchent ( $i = d$ ) et  $\xi_c = \xi$  quand  $i \gg d$  :

$$f_c = \frac{\xi^c}{\xi} = 1 - \left( 0.3e^{-i/(3d)} + 3.6e^{-3i/(2d)} \right) \quad (\text{V.8})$$

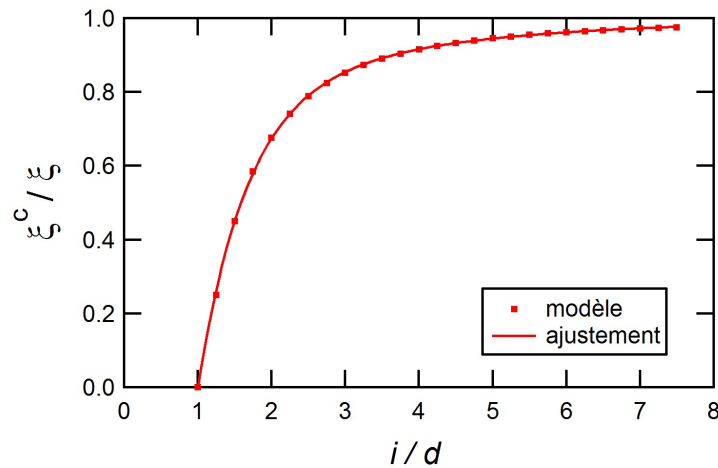


FIGURE V.3 – Rapport de la déformation de la lentille (ou du substrat) avec le couplage sur la déformation de la lentille (ou du substrat) sans couplage en fonction du rapport  $i$  (espacement centre à centre des plots) sur  $d$  (diamètre des plots). Les données du modèle sont en points et son ajustement par une double exponentielle décrite à l'équation (V.8) est en ligne continue.

Comme on peut le voir sur la figure V.3, l'effet du couplage étant de réduire les déformations  $\xi_s$  et  $\xi_l$ , il faut une force plus grande pour atteindre la transition. Les simulations calculant la force seuil en

fonction de  $\phi$  pour un profil de type Hertz ou de JKR avec et sans couplage sont toutes visibles sur la figure V.4.

Tout d'abord, en se concentrant sur les courbes numériques, on remarque que le choix du profil n'influence pas la valeur de la force seuil. Cela apparaît tout à fait normal car le modèle est basé sur la transition du plot central uniquement pour déterminer la force seuil  $F_c$ . Cependant, la prise en compte du couplage, comme indiqué précédemment, influence cette force seuil en l'augmentant non linéairement. L'effet du couplage devient significatif pour des valeurs de  $\phi$  supérieures à 0.1.

La comparaison des modèles analytiques (profil de Hertz non couplé) et numériques avec les données expérimentales pour les deux types de surfaces testées montre un accord quantitatif avec les données expérimentales sans paramètre ajustable avec les modèles tenant compte du couplage interplots. Ce résultat a été obtenu avant cette thèse.

Une originalité de ce travail a été d'explorer le régime des petites densités de plots sous le contact. Comme on peut le voir, les données expérimentales semblent s'écarter des modèles établis pour des  $\phi$  inférieurs à 0.1 et tendre vers une asymptote horizontale dépendant du module effectif du système. Cet écart à petit  $\phi$  peut se comprendre en reprenant une hypothèse du modèle. L'hypothèse de discrétisation des contraintes dans le contact posé nous impose d'avoir une distribution quasi continue de la contrainte macroscopique avec une concentration des contraintes sur l'aire réelle de contact. Dès lors qu'il y a peu de plots sous le contact, cette hypothèse est donc fautive. Par contre, si le nombre de plots et donc d'indenteurs est faible, chaque indenteur possède un profil d'indentation de type Boussinesq (section II.1.2). Les déformations  $\xi_{l,s}$  sont donc liées à ce type d'indentation (éq.(II.20)). Il faut donc faire la somme de ces profils individuels puis l'intégrer et l'égaliser à la force appliquée. Des contraintes de temps n'ont pas permis de développer de modèle dans la durée de cette thèse. Une des voies actuellement explorée (dans l'équipe de thèse) passe par des simulations par éléments finis afin de remonter à la forme du profil de distribution des contraintes et donc au champ de déformation sous le contact.

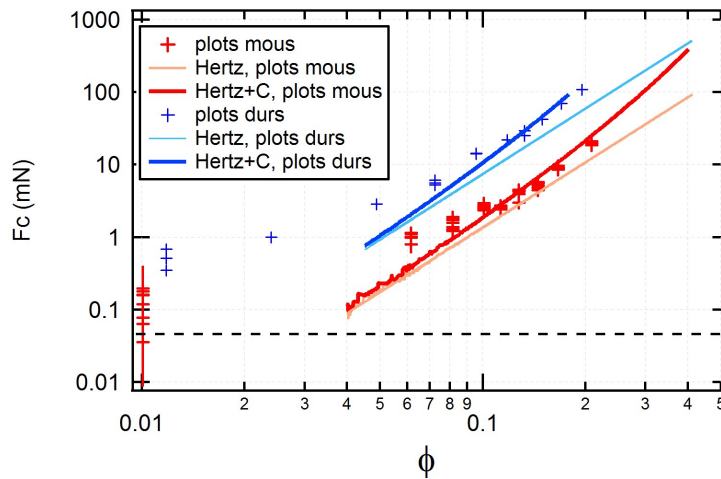


FIGURE V.4 – Simulation et données de l'évolution de la force seuil en fonction de  $\phi$  représentée sur des axes logarithmiques. Le modèle est en accord avec les expériences sauf pour de petits  $\phi$ . En pointillé, la valeur de la force seuil pour faire transiter un plot sous le contact.

On peut cependant estimer le cas limite où un seul plot reste en contact avec la lentille. Dans un tel cas, on a un profil de Boussinesq pour un indenteur unique décrit par l'équation (V.1). En reprenant les équations (V.1), (V.2) et (V.4) avec un contact  $a = \pi d^2/4$  égal à la surface du sommet du plot central, la force seuil estimée vaut 0.08 mN pour un plot de diamètre  $6 \mu\text{m}$ , de hauteur  $2.3 \mu\text{m}$  et de module élastique 1.6 MPa et avec la lentille  $L_1$  du tableau I.1. Cette valeur est en bon accord avec la valeur de l'asymptote horizontale lorsque  $\phi \rightarrow 0$ .

Ayant analysé les deux régimes extrêmes, la transition entre ces deux régimes par des éléments finis sera une perspective naturelle de ce travail.

### V.1.2 Évolution du contact intime après le seuil

Comme on l'a vu dans le chapitre des résultats, juste après le seuil, une discontinuité apparaît dans le contact intime avant d'avoir une évolution progressive du contact. Cette discontinuité  $A$  et l'évolution peuvent être étudiées séparément car elles sont toutes deux basées sur le modèle dérivant  $F_c$  mais au travers de deux voies différentes.

#### Le saut $A$ du rapport entre le contact intime et le contact apparent

Ce modèle est un modèle original développé au cours de cette thèse. Pour pouvoir modéliser le saut de l'aire intime après le seuil, on doit modifier les critères de l'équation (V.1) pour avoir un nouvel équilibre entre les déformations autour des plots. Après avoir touché le substrat à la force seuil  $F_c$ , une déformation supplémentaire due à l'adhésion entre le substrat et la lentille doit être prise en compte. Celle-ci entraîne une déformation supplémentaire des plots  $\delta_{ad}$  autour du premier contact car les forces adhésives entre la lentille et le substrat tendent à refermer le contact pour avoir du contact intime en comprimant les plots. Elles entraînent également une déformation supplémentaire sur la déformation de la lentille  $\xi_{ad}^l$  et sur le substrat  $\xi_{ad}^s$ . Ces déformations dépendent de  $r$  et l'équation (V.1) devient :

$$\delta_p(r) + \delta_{ad}(r) + \xi_l(r) + \xi_{ad}^l(r) + \xi_s(r) + \xi_{ad}^s(r) = h \quad (\text{V.9})$$

Les déformations  $\xi_{ad}^s$  et  $\xi_{ad}^l$  sont difficiles à estimer. Dans le cas de surfaces molles, on peut cependant les négliger dans un premier temps en supposant qu'elles sont petites par rapport à  $\delta_{ad}$ . En effet, le rayon de courbure de la lentille étant grand devant la hauteur des plots, les deux interfaces lentille/air et substrat/air entre les plots sont quasi-planes. Lors du contact interplots entre ces deux interfaces, la complaisance des plots étant plus grande, ce sont majoritairement eux qui supporteront la totalité de la déformation. L'équation (V.9) devient alors, en y injectant les équations (V.2) et (V.4) :

$$h = \frac{h\sigma_p}{E_p} + \delta_{ad} + \frac{2(1 - \nu_{l,s}^2)}{\pi} \frac{d\sigma_p}{E_{l,s}} \quad (\text{V.10})$$

En supposant que le système est constitué de matériau incompressible ( $\nu = 0.5$ ) et que les modules des différents constituants sont identiques et égaux à  $E$ , on obtient alors :

$$h - \delta_{ad} = \frac{\sigma_p}{E} \left( h + \frac{3d}{2\pi} \right) \quad (\text{V.11})$$

En prenant un profil de distribution des contraintes de type Hertz (équation (II.3)). On obtient :

$$\frac{h - \delta_{ad}}{h} = \frac{\sigma_0 \sqrt{1 - \frac{a_i^2}{a^2}}}{\phi E} \left( 1 + \frac{3d}{2\pi h} \right) \quad (\text{V.12})$$

La détermination de  $\sigma_0$  passe par une estimation de la contrainte critique pour faire transiter un plot. En prenant le critère (V.1),  $\sigma_0$  s'écrit :

$$\sigma_0 = \phi E \left( 1 + \frac{3d}{2\pi h} \right)^{-1} \quad (\text{V.13})$$

On obtient donc finalement une relation simple entre  $\delta_p$  et  $A = a_i/a$  définie par :

$$\frac{h - \delta_{ad}}{h} = \sqrt{1 - A^2} \quad (\text{V.14})$$

En inversant cette expression, le saut  $A$  apparaissant à la transition vaut donc :

$$A = \sqrt{1 - \left( \frac{h - \delta_{ad}}{h} \right)^2} \quad (\text{V.15})$$



Afin de déterminer l'expression de  $\delta_{ad}$ , il faut équilibrer l'énergie supplémentaire fournie par l'adhésion créée autour d'un plot  $\delta_{ad}$  avec la déformation supplémentaire que cela a créé sur l'ensemble des plots en contact. En considérant qu'après avoir transité, le travail thermodynamique d'adhésion s'établit sur une nouvelle aire correspondant au substrat autour du plot à l'intérieur de ses proches voisins comme on le voit sur la figure V.5 (hexagone tronqué aux angles et sans le plot central).

L'énergie due à l'adhésion dans ce cas de figure est :

$$U_{ad} = W \left( \frac{3\sqrt{3}}{2} i^2 - 3 \frac{\pi d^2}{4} \right) \quad (V.16)$$

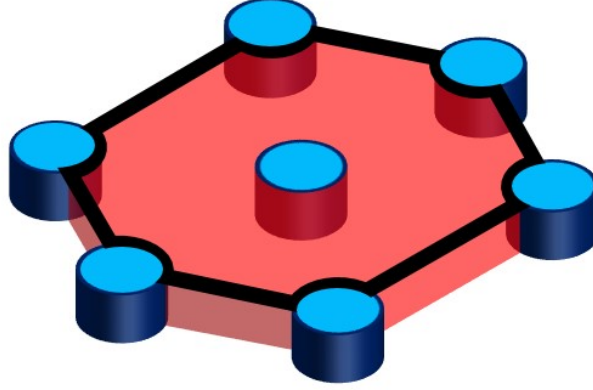


FIGURE V.5 – Schéma représentant l'aire correspondant à la surface autour d'un plot à l'intérieur de ses proches voisins.

Cette énergie supplémentaire est transmise aux proches voisins sous la forme d'une nouvelle compression  $\delta_{ad}$  au travers de l'énergie élastique :

$$U_{ad} = 6U_{el} = 6K_p \delta_{ad}^2 \quad (V.17)$$

avec  $K_p$  la raideur d'un plot qui vaut, par analogie avec les raideurs des ressorts :

$$K_p = \frac{\pi E d^2}{8h} \quad (V.18)$$

L'égalisation des équations (V.16) et (V.17), en utilisant l'équation (V.1.2), donne :

$$\frac{3\sqrt{3}}{2} i^2 W (1 - \phi) = 6 \frac{\pi E d^2}{8h} \delta_{ad}^2 \quad (V.19)$$

Ce qui donne comme valeur pour la déformation supplémentaire du plot :

$$\delta_{ad} = \sqrt{\frac{Wh}{E} \left( \frac{1 - \phi}{\phi} \right)} \quad (V.20)$$

En injectant cette expression de  $\delta_{ad}$  dans l'équation (V.15), on obtient l'expression du saut  $A$  à la transition en fonction des paramètres du problème :

$$A = \sqrt{\sqrt{\frac{W}{hE} \left( \frac{\phi - 1}{\phi} \right)} + 2 \sqrt{\sqrt{\frac{W}{hE} \left( \frac{1 - \phi}{\phi} \right)}}} \quad (V.21)$$

Le saut dépend donc du paramètre géométrique  $\phi$ , de la hauteur des plots  $h$  et de la longueur élasto-capillaire ( $l=W/E$ ). La dépendance de  $A$  par rapport à  $\phi$  et  $h$  est visible sur la figure V.6 représentant une cartographie de valeurs de  $A$ .

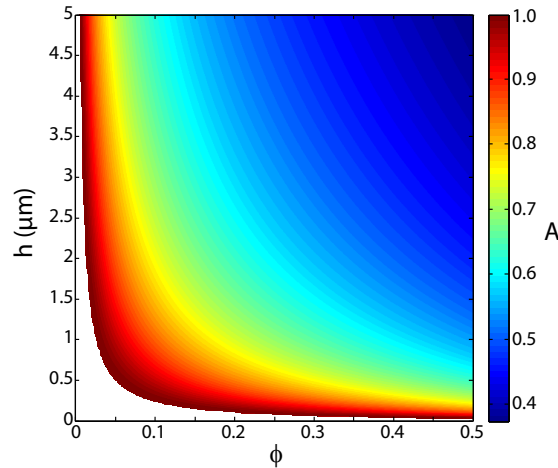


FIGURE V.6 – Simulation de l'évolution du rapport des rayons de contact en fonction de  $\phi$  et  $h$ .

Pour vérifier si les simulations du saut à la transition  $A$  sont en accord avec les données expérimentales, des expériences complémentaires ont été réalisées en faisant varier la hauteur des plots uniquement. Sur la figure V.7, on peut constater que le modèle est en bon accord avec les données expérimentales, et sans paramètre ajustable, pour des surfaces déformables. Pour des surfaces dures où la texturation est indéformable, l'énergie élastique  $U_{el}$  est uniquement stockée par la lentille et doit donc passer par l'estimation de  $\xi_{ad}$  au lieu de  $\delta_{ad}$ . Des simulations numériques par des éléments finis sont en cours afin de rendre compte de ces données.

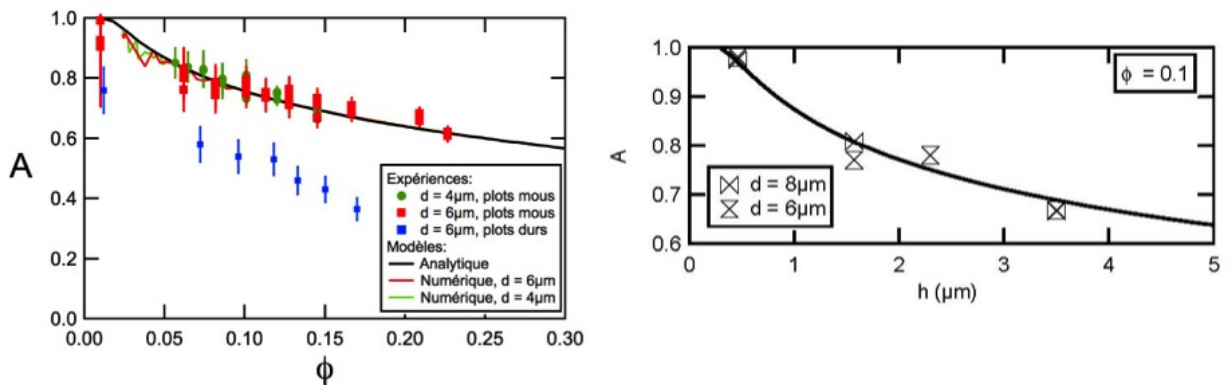


FIGURE V.7 – Modèle et données de la discontinuité des contacts  $A$  en fonction de la géométrie de surface ( $\phi$  à gauche et  $h$  à droite) pour un profil de distribution des contraintes de type JKR avec le couplage des plots. Les simulations sont en accord avec les données.

### L'évolution du contact après le seuil

Afin d'étudier l'évolution du rayon de contact intime après la transition, il faut définir un mode de propagation du contact intime après le seuil. L'hypothèse principale et raisonnable est de dire que le contact intime se propage si chacun des plots transite successivement d'un état posé à intime en fonction de la valeur de la contrainte locale appliquée sur lui. Pour cela, il faut respecter l'équation (V.1) pour chacun des plots à une distance  $r$  du centre en leur appliquant un profil de champ des contraintes données pour une force donnée. Une nouvelle fois, l'évolution peut être décrite analytiquement en prenant un profil de type Hertz ou numériquement en prenant un profil de type JKR.

Pour la propagation de la transition, une hypothèse importante est que le profil reste du type choisi (Hertz ou JKR) sur l'ensemble du contact malgré le gain de contact dans la zone d'aire intime. Ceci est

rendu possible en gardant en mémoire que toute l'énergie d'adhésion est balancée par des déformations supplémentaires contenues dans la description de  $A$ . Pour un rayon de contact intime  $a_i$  et un rayon de contact apparent  $a$ , on a donc une contrainte critique qui vaut :

$$\sigma_c = \frac{3}{2\pi} \left( \frac{F_c K^2}{2R} \right)^{1/3} = \frac{3}{2\pi} \left( \frac{F K^2}{2R} \right)^{1/3} \sqrt{1 - a_i^2/a^2} \quad (\text{V.22})$$

L'évolution du rapport aire intime/aire apparente dépend donc du rapport de la force appliquée par la force seuil au travers de la relation suivante :

$$1 - \left( \frac{a_i}{a} \right)^2 = \left( \frac{F}{F_c} \right)^{-2/3} \quad (\text{V.23})$$

Cette expression nous amène donc à une représentation différente des données en traçant l'évolution de  $(1 - a_i^2/a^2)$  en fonction de  $(F/F_c)$  comme on peut le voir sur la figure V.8. Sur cette figure, on peut observer l'évolution du modèle analytique de type Hertz et du modèle numérique de type JKR avec couplage. Le modèle numérique de type Hertz couplé (respectivement le modèle numérique de type JKR) a la même évolution, dans cette représentation, que le modèle numérique de type Hertz (respectivement le modèle numérique de type JKR). En effet, le couplage apparaissant dans la définition de la force seuil  $F_c$ , il est neutralisé en tout point par la normalisation en force  $F/F_c$ . La nature du champ de distribution des contraintes, quant à elle semble jouer un rôle dominant puisqu'elle fait varier l'évolution de  $(1 - a_i^2/a^2)$  vers une nouvelle tendance ressemblant encore à une loi de puissance où l'exposant, de  $-0.57$ , est plus faible. Cette différence étant minime, nous allons nous intéresser par la suite à la comparaison des données expérimentales avec le modèle de Hertz (exposant  $-2/3$ ).

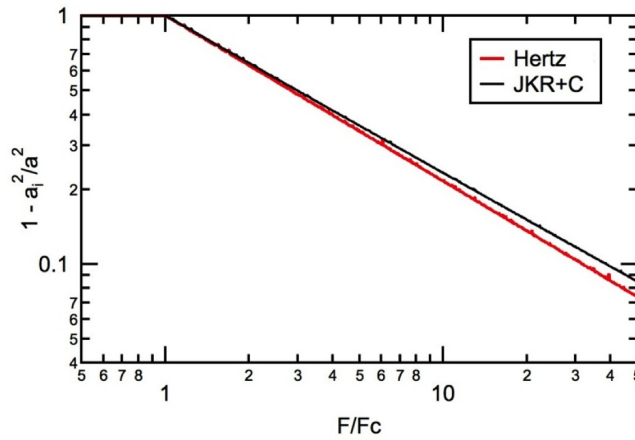


FIGURE V.8 – Modèle de l'évolution du rapport des aires de contact en fonction de la force normalisée par la force seuil. La pente de l'évolution pour un profil JKR couplé vaut  $-0.57$  et  $-2/3$  pour un profil Hertz couplé.

Pour confronter ce modèle aux expériences, il faut tout d'abord prendre en compte l'apparition d'un saut brutal à la transition caractérisé précédemment. Pour ce faire, en supposant que les deux effets (saut et évolution après le seuil) sont décorrélés, on peut simplement tenir compte de l'amplitude du saut  $A$  dans la définition de  $(1 - a_i^2/a^2)$  après le seuil à chaque pas de calcul. Il suffit donc numériquement de calculer l'évolution de l'aire intime à partir d'une valeur déterminée au préalable par l'équation (V.21). On retrouve cette confrontation entre le modèle et les données expérimentales sur la figure V.9. On remarque tout d'abord qu'il y a une bonne adéquation entre le modèle et les expériences excepté pour  $\phi < 0.01$ . Cet écart est, encore une fois, le signe que la définition de la discrétisation des contraintes sous le contact dans le modèle est primordiale lorsque le nombre de plots sous le contact est faible.

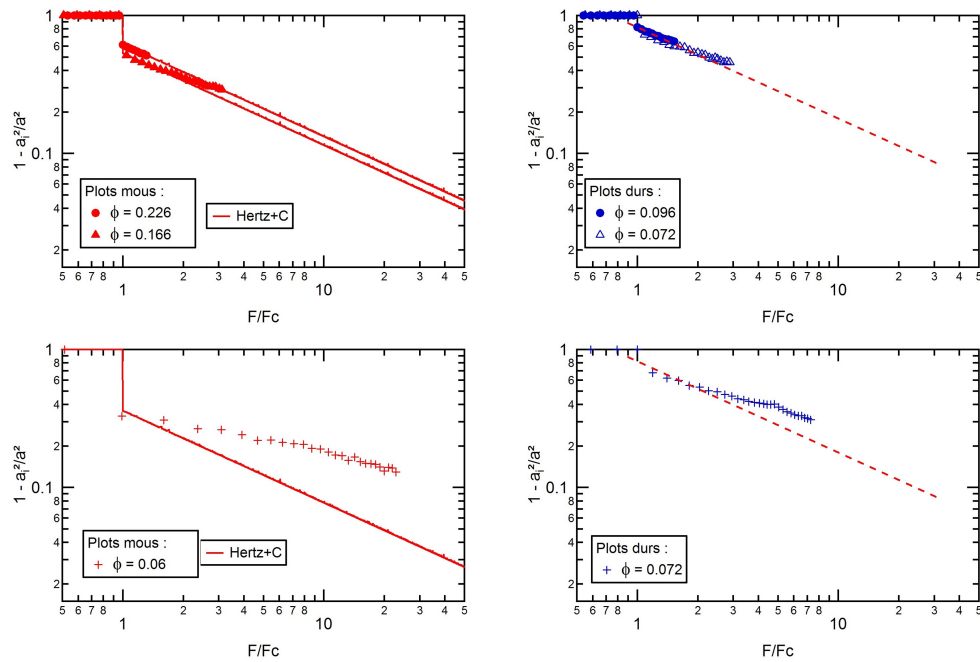


FIGURE V.9 – Modèle et données de l'évolution du rapport des rayons de contact en fonction de la force normalisée par la force seuil. Le modèle avec le profil de type Hertz couplé est en accord avec les expériences sauf pour de petit  $\phi$ .

**Conclusion partielle.** En conclusion, en prenant en compte la compression des plots due à l'énergie d'adhésion gagnée lors de la nucléation du contact intime, il a été possible de produire un modèle quantitatif permettant de comprendre l'évolution complète du rapport de l'aire de contact intime sur l'aire de contact apparent en fonction de la charge normale.

## V.2 Énergies d'adhésion

La théorie JKR prend en compte l'énergie d'adhésion dans un contact lisse entre une lentille et un plan. Les résultats expérimentaux ayant montré, dans une certaine mesure, un accord entre les courbes charge normale/aire de contact avec les modèles JKR, nous allons montrer comment il peut être possible d'extraire des énergies d'adhésion effectives à la charge, ou à la décharge, et observer leur dépendance avec les paramètres de la texturation. Dans un deuxième temps, en se fondant sur l'idée développée au paragraphe précédent qu'il y a de l'énergie élastique stockée dans les piliers, nous montrerons qu'on peut essayer de développer un modèle à base de tapis de ressorts pour analyser les résultats obtenus.

### V.2.1 Première analyse énergétique

#### « Pull off » force des surfaces texturées

Une première analyse simple que l'on peut faire sur les données expérimentales est d'observer l'évolution de la « pull-off » force en fonction de la texturation de surface. Cette force est mesurée au niveau de la rupture totale du contact à la fin de la décharge. Dans le cas d'un monocontact adhésif sphère lisse/plan lisse, cette force est proportionnelle à l'énergie d'adhésion (voir section II.1.3). L'évolution de cette force de rupture peut donc être un bon indicateur de l'évolution de l'énergie d'adhésion en fonction de la texturation de l'interface. Puisque le contact est adhésif, les valeurs algébriques de la "pull-off", qui est une force de traction (alors que toutes les forces jusqu'ici sont des forces de compression), sont négatives. Par souci de commodité, elle sera donc représentée avec le signe opposé à celui obtenu durant les expériences.

Cette force a été relevée en même temps que la dernière image de contact, juste avant la rupture,

à la fin de la décharge. Comme les expériences ont été faites pour différents enfoncements pour chaque surface texturée, on peut effectuer une statistique permettant d'obtenir une valeur moyenne de la « pull-off » force pour une surface donnée uniquement si celle-ci n'évolue pas avec le temps de contact qui varie lui-même avec l'enfoncement. On observe, sur la figure V.10, que ces valeurs ne varient pas avec l'enfoncement dans le cas d'un contact lisse et varient peu avec l'enfoncement dans le cas d'un contact texturé. Une étude plus approfondie de la variabilité et de la reproductibilité de ces mesures permettrait de pouvoir aller plus loin dans l'analyse fine de l'évolution de la pull-off force avec le temps de contact afin de confirmer (ou d'infirmer) une quelconque évolution. On conservera donc par la suite, une grandeur moyenne possédant une incertitude basée sur l'écart entre la valeur minimale et la valeur maximale de ces mesures.

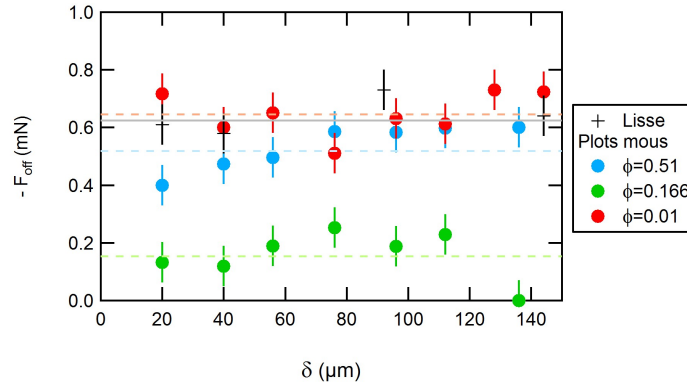


FIGURE V.10 – « Pull-off » force en fonction de l'enfoncement pour un contact mou.

L'évolution de celles-ci en fonction de la densité surfacique de plots sous le contact  $\phi$  est représentée sur la figure V.11.

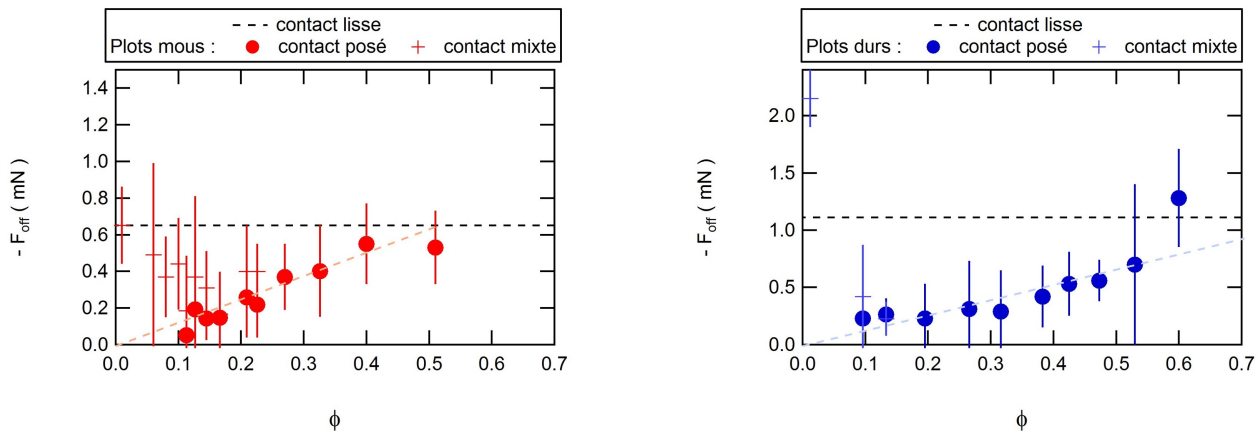


FIGURE V.11 – « Pull-off » force en fonction de  $\phi$ . À gauche, les valeurs pour une surface molle et à droite celles pour une surface dure.

En comparant les deux graphiques de cette figure, on remarque dans un premier temps que la valeur de la force de rupture  $F_{\text{off}}^{\text{lisse}}$  pour les surfaces dures est supérieure à celle mesurée pour les surfaces molles lorsque la mesure est faite sur une partie lisse du substrat. Cependant, pour chacune de ces surfaces, la présence d'une rugosité de surface à l'interface diminue systématiquement la valeur de la force avec des comportements différents suivant la complaisance du système.

Si l'on s'intéresse à l'évolution de cette force dans le cas d'un contact posé, on peut remarquer que celle-ci semble être proportionnelle à  $\phi$  (trait pointillé sur les graphes). Cependant, alors que pour des surfaces dures, la pente est proche de  $F_{\text{off}}^{\text{lisse}}$  indiquant que la force de rupture peut s'écrire  $F_{\text{off}} = \phi F_{\text{off}}^{\text{lisse}}$ , étonnamment dans le cas des surfaces déformables, la pente est plus grande et de l'ordre de  $1.5 F_{\text{off}}^{\text{lisse}}$ .

Dans le cas d'un contact mixte, l'évolution est complètement différente puisqu'un comportement non monotone apparaît à petit  $\phi$  avec une évolution qui tend vers la valeur du contact lisse. On pouvait s'y attendre car en diminuant de plus en plus  $\phi$ , le nombre de plots sous le contact devient de plus en plus faible et le contact mixte ressemble de plus en plus à un contact lisse avec quelques défauts ponctuels à l'intérieur.

### Analyse de type JKR à grandes aires de contact

En se rappelant que cette variation de la « pull-off » force est liée à la variation du taux de restitution de l'énergie d'adhésion  $G$  pour des contacts lisses adhésifs. Il serait intéressant de comparer cette variation à celle du travail thermodynamique  $W$  et à celle du taux de restitution de l'énergie d'adhésion  $G$  qui sont les deux énergies d'adhésion caractérisant le système. Nous allons ici développer une proposition d'analyse des résultats. L'idée est la suivante : nous proposons d'extraire des données expérimentales en utilisant une analyse JKR de l'évolution de  $F(a)$  pour de grandes aires de contact (voir figure V.12) avec des énergies effectives  $W_{\text{eff}}$  et  $G_{\text{eff}}$ . Cette analyse est hypothétique mais tentante.

Dans le cas de contact posé, les évolutions de ces grandeurs dépendent de la complaisance du système. Alors que le travail thermodynamique effectif mesuré sur une surface molle semble très faiblement dépendant de  $\phi$  voire indépendant, le travail thermodynamique effectif sur une surface dure est directement proportionnel à  $\phi$  avec une pente proche de  $W_l$  indiquant que le  $W_{\text{eff}}$  peut être assimilé à  $\phi W_l$ . En regardant en détail les courbes de pseudo-force  $\tilde{F}$  en fonction du pseudo-rayon  $\tilde{a}$  pour les surfaces dures (figures IV.7 et IV.9), on peut remarquer qu'elles sont linéaires alors que les mêmes courbes pour des surfaces molles ayant la même densité surfacique de plots commencent à présenter un caractère non linéaire aux petites aires de contact. Il semble donc que la couche de plots déformables a une influence à longue portée sur les données expérimentales se traduisant par une analyse erronée du travail thermodynamique d'adhésion sur surface molle. Par contre, les évolutions des  $G_{\text{eff}}$  sur les deux types de surfaces présentent, toutes deux, une dépendance linéaire avec  $\phi$  avec une pente d'environ  $2G_l$  et  $1.5G_l$  respectivement pour les surfaces molles et dures. Cette pente supérieure à 1, semblable à la pente mesurée pour l'évolution de la pull-off force, semble indiquer que ces deux grandeurs restent liées pour des interfaces texturées avec  $F_{\text{off}} \propto G_{\text{eff}}$ .

Pour l'évolution de  $W_{\text{eff}}$  et  $G_{\text{eff}}$  dans le cas d'un contact mixte, on retrouve naturellement la tendance à retourner vers le  $W_l$  mais les valeurs mesurées semblent systématiquement dépasser cette dernière pour  $\phi \rightarrow 0$ . Cet effet est d'autant plus grand que le module du substrat est grand car pour des surfaces molles, les incertitudes de mesures englobent la valeur de  $W_l$  et de  $G_l$  alors que dans le cas des surfaces dures, les valeurs de  $W_{\text{eff}}$  et de  $G_{\text{eff}}$  sont nettement supérieures à  $W_l$  et  $G_l$ . Ces valeurs surprenantes proviennent certainement de l'analyse faite des courbes  $F(a)$  en  $\tilde{F}(\tilde{a})$  qui n'est plus du tout valable à petit  $\phi$  à cause de la discrétisation trop forte du contact posé, sur quelques plots, occupant encore une grande partie du contact comme on peut le constater sur la figure IV.5. Le champ de contrainte ne devant plus être de type JKR dans cette hypothèse, l'analyse JKR devient donc caduque.

#### V.2.2 Prise en compte des effets de couches minces

Il y a donc plusieurs raisons qui nous poussent à développer de nouvelles analyses théoriques afin de comprendre les évolutions des courbes de forces en fonction du rayon de contact apparent.

La première serait de prendre en compte l'aire réelle de contact. En effet, dans le cas d'une surface dure, les plots étant indéformables, la lentille se déforme pour essayer de développer un contact sur toute la surface du substrat (y compris la surface latérale des plots). Dans le cas des surfaces molles, cette contribution supplémentaire doit être balancée par la compression des plots qui va réduire cet effet.

La deuxième, et la plus importante, est de considérer que la couche mince de plots pourrait être considérée comme une couche élastique de complaisance plus grande en comparaison avec le substrat. Certains modèles récents [46, 47] prennent en compte l'effet de la couche mince sur les courbes d'adhésion et montrent une dépendance non linéaire de la force avec le rayon de contact comme nous avons pu également l'observer dans le chapitre précédent.

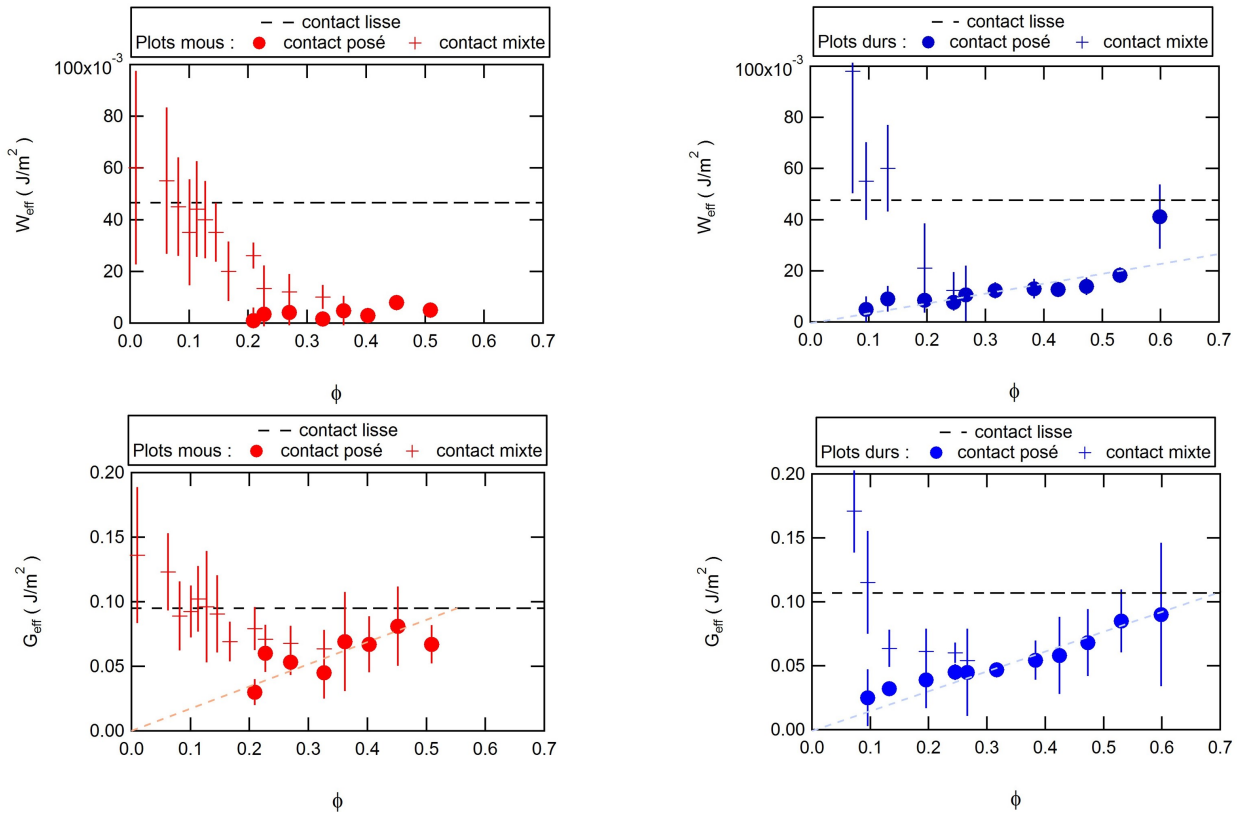


FIGURE V.12 – Bilan des énergies d’adhésion pour un contact mou à gauche et dur à droite.

Quand une couche mince continue, d’épaisseur micrométrique et avec des propriétés mécaniques spécifiques, est introduite entre la sphère et le plan, la théorie de JKR « simple » n’est plus valable. Ceci a été mis en évidence expérimentalement par M. Deruelle [10]. Plusieurs chercheurs [48, 49, 46, 50] ont cherché à comprendre cet écart à JKR.

C. Tardivat [46] a modélisé cette couche mince par une somme de ressorts disjoints en parallèle de hauteur  $h$  et de module élastique  $E_c$  (figure V.13). Ainsi, l’enfoncement de la sphère  $\delta$  de l’équation JKR (équation (II.33)) est modifié et donne, pour le premier contact :

$$\delta = \frac{a^2}{3R} + \frac{2F}{3aK} + \frac{h}{E_c} \left( \frac{aK}{\pi R} + \frac{F}{2\pi a^2} \right) \quad (\text{V.24})$$

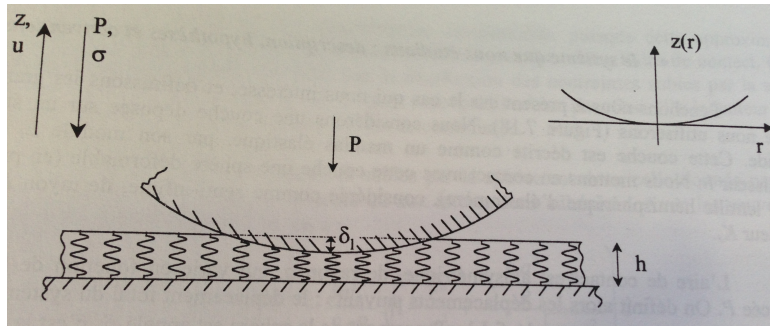


FIGURE V.13 – Schéma représentant le modèle de C.Tardivat [46].

Les deux premiers termes décrivent l’enfoncement des équations JKR et les deux derniers sont la prise en compte de la couche de ressorts.  $K$  est le module effectif d’un contact lisse sans la couche de ressorts,  $a$  le rayon de contact,  $F$  la force normale et  $R$  le rayon de courbure de la lentille. En reprenant

la démonstration de la théorie JKR (section II.1.3), la force normale est redéfinie par :

$$F = \frac{Ka^3}{R} - \sqrt{(6\pi WKa^3) / \left(1 + \frac{3Kh}{2\pi a E_c}\right)} \quad (\text{V.25})$$

où  $3Kh/(2\pi a E_c)$  est la prise en compte de la déformation de cette couche au centre du contact. Cette approche permet de reproduire les données expérimentales, obtenues par M. Deruelle et C. Tardivat (figure V.14) mais avec un paramètre ajustable  $E_c$  de l'ordre de 0.05 MPa alors que le module attendu de la couche était de 5 MPa. Cette différence est attribuée par C. Tardivat à la non-prise en compte de la taille finie de la couche dans la définition du champ de déformation sous le contact. Notamment, pour ces expériences, la présence d'un substrat rigide sous la couche mince provoque des effets de taille finie supplémentaires qui ne sont pas quantitativement décrits. Dans nos expériences, le substrat supportant la couche de plots étant également déformable, cela ne devrait pas provoquer d'effet de taille finie.

De plus, l'effet de la déformation étant inversement proportionnel au rayon de contact  $a$ , le modèle de C. Tardivat tend vers le modèle JKR à grandes aires de contact. Ce modèle, basé sur une couche de ressort, et un modèle qui pourrait nous servir de base pour comprendre l'effet de la couche mince de plots, d'épaisseur micrométrique, introduite entre une sphère et le plan lors d'un contact. En effet, la couche de plots pourrait être modélisée par le matelas de ressorts, introduit par C. Tardivat, où chaque ressort serait un plot de notre couche.

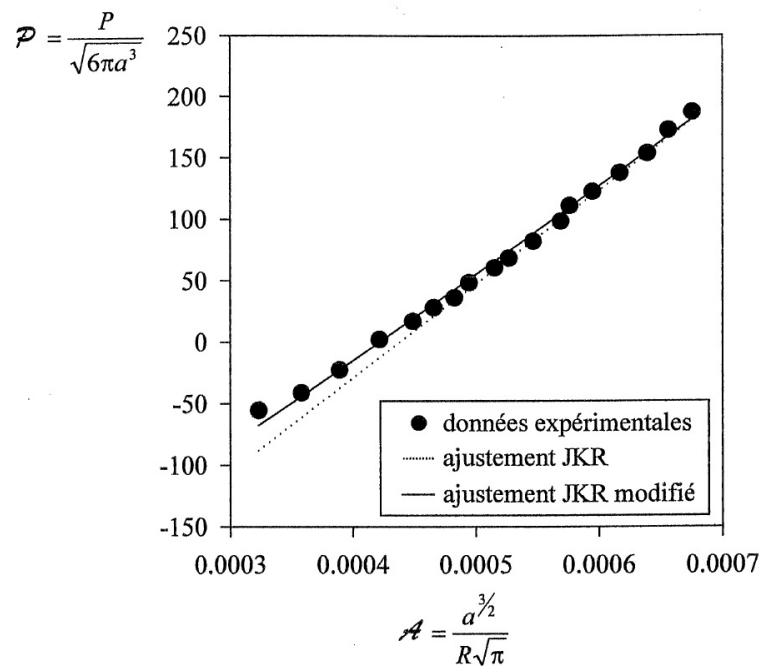


FIGURE V.14 – Comparaison des prévisions théoriques du modèle de C. Tardivat avec les données expérimentales qu'elle a obtenues [46] ( $K = 1.87$  MPa,  $R = 0.912$  mm et  $h = 1.52$   $\mu\text{m}$ ).

### V.2.3 Adaptation du modèle de C. Tardivat

Dans la section IV.2, les courbes de pseudo-forces en fonction du pseudo-rayon de contact montrent une courbure qui fait penser aux travaux de C. Tardivat [46]. Dans ces travaux, la courbure observée sur les courbes provient de la couche mince introduite entre la lentille et le substrat. Il apparaît que pour des hauteurs de couche de l'ordre de quelques microns (1.54  $\mu\text{m}$  pour C. Tardivat et 2.3  $\mu\text{m}$  par exemple pour la hauteur des plots), la non-linéarité des courbes est visible jusqu'à des rayons de contact de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  (voir figures V.14 et IV.9).



Dans la section précédente, on a vu que le déplacement était modifié pour tenir compte de la couche de ressorts. Pour la couche de plots où les plots peuvent être modélisés par des ressorts, les déformations sont les mêmes que pour la couche mince introduite par C.Tardivat avec, en plus, les déformations de la lentille et du substrat entre les plots vues dans la section V.1 pour des surfaces molles. Le déplacement de la couche de plots donne alors, pour le premier contact :

$$\delta_p = \frac{h}{E_s} \left( \frac{Ka}{\pi R} + \frac{F}{2\pi a^2} \right) + \xi_{l,s}^c = \left( \frac{Ka}{\pi R} + \frac{F}{2\pi a^2} \right) \left( \frac{h}{E_s} + 2(1-\nu^2) \frac{df_c}{\pi\phi} \left( \frac{1}{E_s} + \frac{1}{E_l} \right) \right) \quad (\text{V.26})$$

avec  $E_s$  le module de la couche de plots et de son substrat,  $E_l$  le module de la lentille,  $\nu$  le coefficient de Poisson des matériaux,  $f_c$  la fonction du couplage des plots et  $d$ ,  $h$  et  $\phi$  les paramètres géométriques de la texturation.

En comparant ce déplacement avec celui donné par C.Tardivat qu'elle a ajouté à ceux de JKR, on se rend compte qu'on peut substituer les déformations dues aux plots (dernière parenthèse de l'équation (V.26)) aux déformations  $h/E_c$  de la couche mince données par C.Tardivat à l'équation (V.24). L'équation de l'enfoncement de la lentille donne ainsi :

$$\delta = \frac{a^2}{3R_l} + \frac{2F}{3Ka} - \left( \frac{Ka}{\pi R} + \frac{F}{2\pi a^2} \right) \left[ \frac{h}{E_s} + 2(1-\nu^2) \frac{df_c}{\pi\phi} \left( \frac{1}{E_s} + \frac{1}{E_l} \right) \right] \quad (\text{V.27})$$

Les deux premiers termes viennent de la déformation de la lentille dans un contact lisse de type JKR et le reste de la déformation due à la présence de la couche de plots.

En reprenant la démonstration de la théorie de JKR (section II.1.3), on peut donc trouver une expression complexe de la force normale en fonction du rayon de contact :

$$F = \frac{Ka^3}{R_l} - \sqrt{\frac{6\pi W_{\text{eff}} Ka^3}{1 - \left( 2(1-\nu^2) \frac{d}{\pi E_l \phi} f_c + 2(1-\nu^2) \frac{d}{\pi E_s \phi} f_c + \frac{h}{E_s \phi} \right) \frac{Ka}{\pi R_l}}} \quad (\text{V.28})$$

avec  $W_{\text{eff}}$  le travail thermodynamique d'adhésion effectif sur l'aire réelle de contact défini dans le cas d'un substrat déformable par :

$$W_{\text{eff}} = \phi W_l \left( 1 + \frac{a_i^2}{a^2} \frac{1+\phi}{\phi} - 2 \frac{a_i}{a} \right) \quad (\text{V.29})$$

Pour un contact où les plots sont denses sous le contact ( $\phi \geq 0.5$ ), on observe les courbes de la figure V.15.

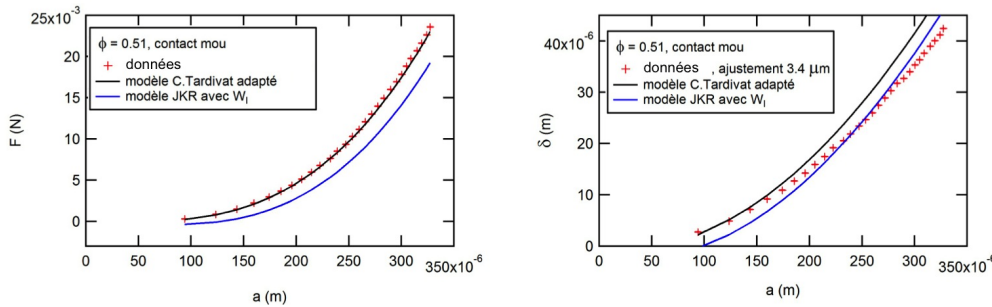


FIGURE V.15 – Comparaison du modèle avec les données expérimentales. À gauche, la force en fonction du rayon de contact et à droite, le déplacement en fonction du rayon de contact.

En comparant les courbes, le modèle semble expliquer, légèrement mieux que le modèle de JKR, les données pour les courbes de force en fonction du rayon de contact. Pour la courbe du déplacement en fonction du rayon de contact, le modèle valide les données pour de petites aires de contact. L'hypothèse par rapport aux déformations peut être remise en cause pour expliquer l'écart entre les données et le modèle pour des rayons de contact grands : pour prendre en compte les déformations des plots, on se

déplace au centre du contact. Or, les déformations des plots ne sont pas les mêmes sous tout le contact (plus faibles quand on s'éloigne du centre du contact car on est en contact sphérique). Ceci peut aussi expliquer les écarts à grands rayons de contact car le modèle sera systématiquement plus grand que les données vu que les déformations sont surestimées.

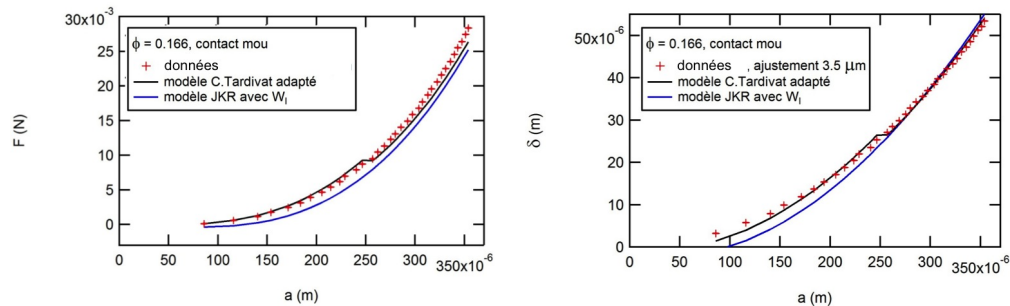


FIGURE V.16 – Comparaison du modèle avec les données expérimentales pour la force et le déplacement en fonction du rayon de contact.

En continuant d'espacer les plots sous le contact, le contact mixte arrive et le modèle semble toujours expliquer les données expérimentales, quel que soit le rayon de contact comme on le voit sur la figure V.16. De plus, les écarts entre le modèle et les données semblent confirmer que l'hypothèse sur les déformations doit être mieux prise en compte (sous tout le contact plutôt que juste sur le premier contact).

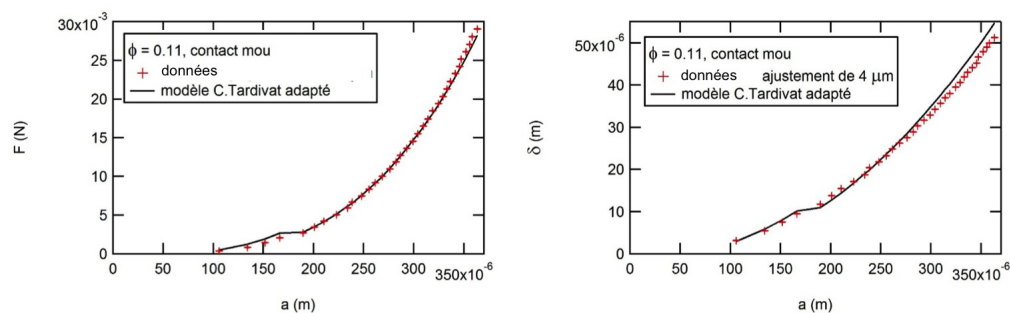


FIGURE V.17 – Comparaison du modèle avec les données expérimentales pour la force et le déplacement en fonction du rayon de contact pour deux surfaces texturées.

En continuant de diminuer  $\phi$ , le modèle semble toujours expliquer les données expérimentales avec un écart pour les grands rayons de contact comme on le voit sur la figure V.17. Cet écart peut venir de la déformation supplémentaire de la ligne de contact intime due à la présence des plots. Le décalage entre le contact posé et le contact mixte, que l'on a dans les données, semble être expliqué par le modèle qui admet aussi un décalage. Les écarts visibles au niveau de la transition semblent appuyer les lacunes des hypothèses utilisées pour le modèle.

Pour cette surface, la densité de plots sous le contact est très faible ce qui entraîne une forte discrétisation du contact. Ainsi, l'hypothèse sur la concentration des contraintes au sommet des plots n'est plus valide. Le modèle montre quand même un accord avec les courbes de force en fonction du rayon de contact qui laisse penser que le modèle peut expliquer les données en prenant en compte la discrétisation du contact (ce qui permettrait aussi de prendre en compte les bonnes déformations entre les plots sous tout le contact).

Le modèle de C.Tardivat peut être également adapté pour la décharge. En remplaçant le travail thermodynamique d'adhésion effectif par un taux de restitution de l'énergie d'adhésion effectif, la force

normale en fonction du rayon de contact vaut :

$$F = \frac{Ka^3}{R_l} - \sqrt{\frac{6\pi G_{\text{eff}}Ka^3}{1 + \left(2(1-\nu^2)\frac{d}{\pi E_l \phi} f_c + 2(1-\nu^2)\frac{d}{\pi E_s \phi} f_c + \frac{h}{E_s \phi}\right) \frac{Ka}{\pi R_l}}} \quad (\text{V.30})$$

avec  $G_{\text{eff}}$  qui vaut :

$$G_{\text{eff}} = \phi G_{\text{lisse}} \left(1 + \frac{a_i^2}{a^2} \frac{1+\phi}{\phi} - 2\frac{a_i}{a}\right) \quad (\text{V.31})$$

Le modèle de C.Tardivat n'explique pas totalement les données comme on le voit sur les figures V.18. Ce modèle reste proche des données ce qui fait penser que les écarts sont sûrement dus, comme lors de la charge, soit aux lacunes des hypothèses du modèle, soit à la discrétisation du contact, soit à la mauvaise estimation de l'aire de contact réelle dans le contact posé. Pour finir, elles peuvent aussi être causées par la déformation supplémentaire de la ligne de contact intime due à la présence des plots.

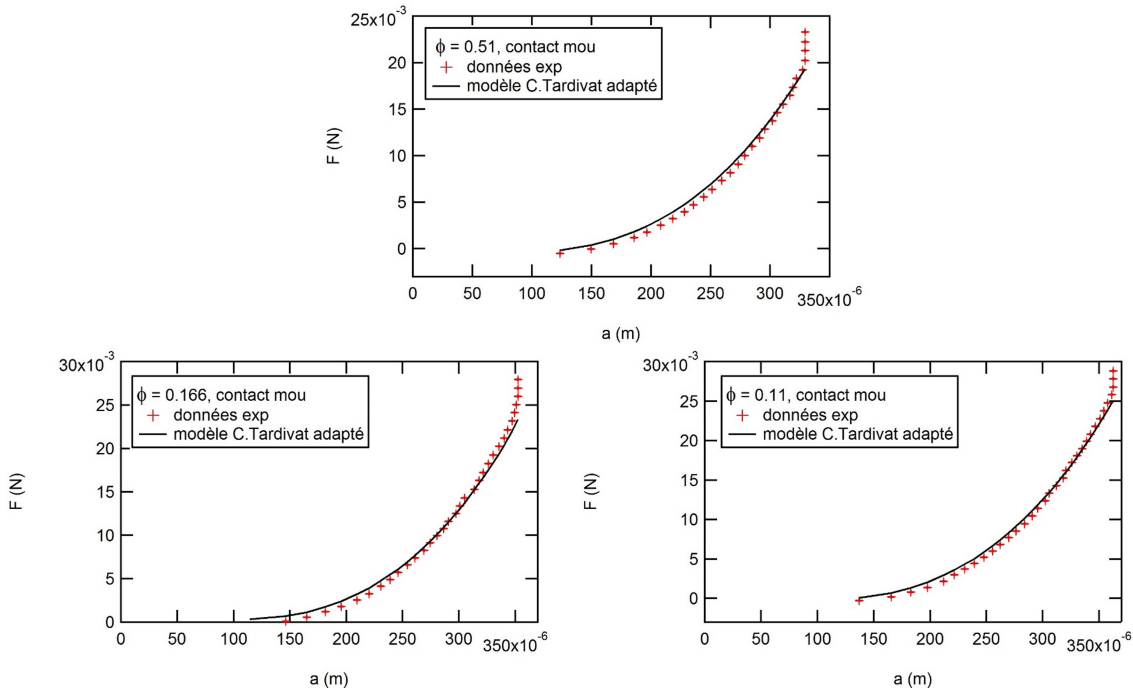


FIGURE V.18 – Comparaison entre les données expérimentales de la force normale en fonction du rayon de contact et le modèle utilisant des ressorts.

#### V.2.4 Pour aller plus loin...

Pour supprimer certaines hypothèses du modèle de C. Tardivat, E. Barthel a développé un modèle numérique complet en prenant en compte la compressibilité de la couche mince [50]. Ce modèle est basé sur le même système que C. Tardivat, c'est-à-dire une couche mince continue, lisse et supportée par un substrat rigide en contact avec une lentille déformable. L'énergie d'adhésion à l'interface couche mince / lentille peut également être prise en compte dans ce modèle puisqu'il permet de redéfinir une nouvelle relation entre la force appliquée et le rayon de contact [50] :

$$\frac{F}{\sqrt{6\pi}a^3} = \frac{E_2^*}{2} \left(\frac{a^{3/2}}{\sqrt{6\pi}R}\right) \Pi_0 - \frac{E_{eq}}{\Gamma} \sqrt{\frac{4E_s^*W}{3}} \quad (\text{V.32})$$

où  $\Pi_0$  est la force de contact normalisée,  $E_{eq}$  est le module équivalent du système normalisé et  $\Gamma$  est le facteur d'intensité des contraintes pour un contact sphère-couche mince non adhésif. On peut remarquer sur la figure V.19 que ces grandeurs sont constantes lorsque le rayon de contact  $a$  est très

différent de la hauteur de la couche mince  $t$  avec une différence de valeurs des deux plateaux observés. Le plateau où  $a > 100t$  correspond au cas limite où l'épaisseur de la couche est négligeable avec des valeurs de  $\Pi_0 = 8/3$ , de  $E_{eq} = 1$  et de  $\Gamma = \sqrt{E_s^* E_2^*}$  permettant de retrouver l'équation JKR (II.23) d'un système lentille déformable/substrat dur. Ce rapport  $a/t$  ressemble beaucoup aux observations que nous avons pu faire au cours de nos expériences avec une non-linéarité des courbes de pseudo-force en fonction du pseudo-rayon de contact qui s'étendait jusqu'à des rapports  $a/h \sim 100$ .

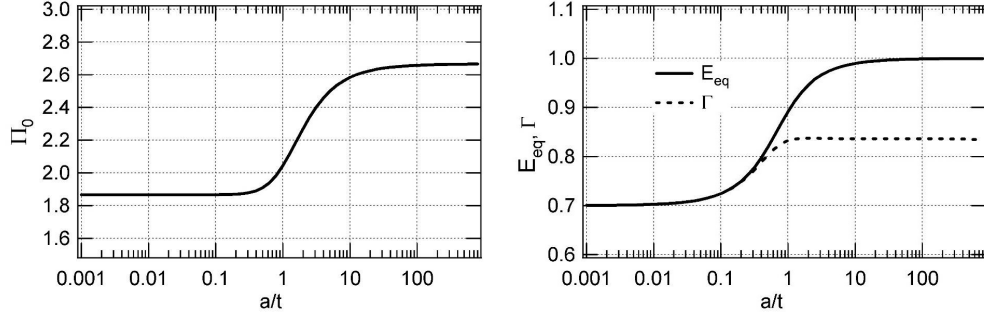


FIGURE V.19 – Évolution des grandeurs numériques du modèle de couche mince de E. Barthel (figure extraite de [50]).

Cependant, ce modèle est fondé sur une analyse continue de la couche mince déformable supportée par un substrat rigide ne permettant pas de représenter les données que nous avons, car la prise en compte de la déformation du substrat sous-jacent aux plots est négligée.

On peut néanmoins vérifier si expérimentalement les cas limites observés par le modèle de E. Barthel sont cohérents avec nos expériences. Pour des rayons de contact grand devant la hauteur  $h$  des plots, la couche de plots devrait être négligeable et le module effectif du système devient équivalent à celui du contact lisse défini par :

$$\frac{1}{K_{\text{eff}}} = \frac{1}{K_l} + \frac{1}{K_s} \quad (\text{V.33})$$

et une énergie d'adhésion égale à l'énergie d'adhésion  $W_{\text{eff}}$  définie précédemment (éq. (V.29)). Dans l'autre cas limite où le rayon de contact  $a$  est de l'ordre du diamètre des plots. Le module élastique du substrat texturé va être principalement déterminé par la complaisance de la couche mince de plots au travers de l'équation :

$$\frac{1}{K_{\text{eff}}} = \frac{1}{K_l} + \frac{1}{\phi K_s} \quad (\text{V.34})$$

Les représentations graphiques de ces deux cas limites sont représentées sur la figure V.20 où les courbes expérimentales semblent bien avoir un changement de pente entre ces deux définitions de module effectif quelle que soit la texturation et le module élastique du substrat.

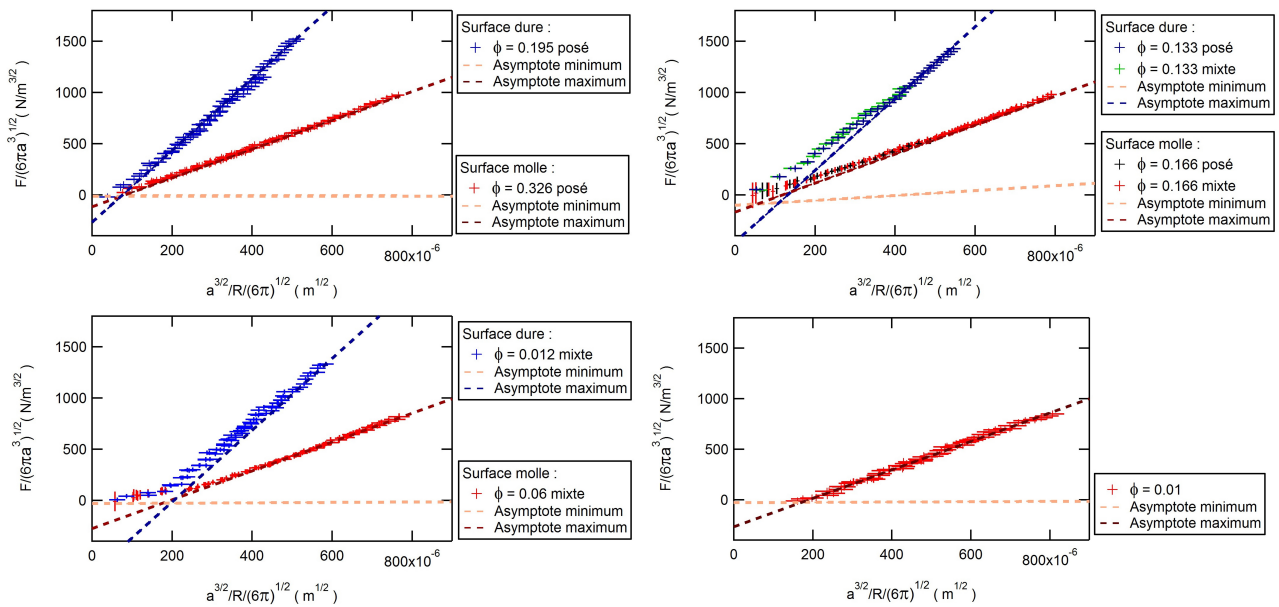


FIGURE V.20 – Courbes de pseudo force en fonction du pseudo rayon de contact. En pointillé, les asymptotes limites observées par le modèle de E.Barthel qui semble décrire les cas limites des données expérimentales.

## Conclusion

Dans cette partie, on a vu que, pour des contacts texturés, il est possible de comprendre la mécanique du contact lors de la charge. Pour des  $\phi$  petits, la discrétisation empêche le modèle de valider les données c'est pourquoi il faut passer ce modèle en simulation avec des éléments finis pour enlever les lacunes des hypothèses.

Pour comprendre comment évoluent les énergies d'adhésion dans un contact texturé mou, il faut prendre en compte les déformations dues à la couche de plots. Les premiers résultats avec le modèle de C.Tardivat semblent indiquer qu'on est sur la bonne voie pour comprendre les données. Les écarts entre le modèle et les données peuvent être expliqués selon la nature du contact. Pour un contact posé et mou, l'hypothèse de prendre les déformations du premier contact pour modéliser les déformations sous tout le contact n'est pas valide. Le contact étant sphérique, la distribution des contraintes diminue en s'éloignant du centre du contact. C'est pourquoi, pour un contact posé, le modèle est systématiquement supérieur aux données expérimentales. De plus, les déformations entre les plots augmentent le contact réel ce qui entraîne une erreur sur l'estimation de l'énergie d'adhésion. Quand on passe la transition entre le contact posé et mixte, le décalage dans le rayon de contact est visible sur le modèle comme sur les données. L'incertitude des données et les erreurs du modèle causées par les lacunes des hypothèses entraînent, pour certaines surfaces, un décalage dans le modèle non visible sur les données. Dans le cas d'un contact mixte et mou, on s'aperçoit que plus le contact intime est présent, plus il y a une déviation du modèle par rapport aux données, qu'on soit à la charge ou à la décharge. Cette déviation est probablement due à l'avancement de la ligne de contact du contact intime qui admet des déformations supplémentaires dues à la présence des plots. Cette explication semble être raisonnable, car, plus  $\phi$  diminue, plus il y a du contact intime et plus il y a des déviations entre le modèle et les données. Pour un contact dur, on a vu que le modèle JKR avec une énergie d'adhésion qui vaut  $\phi W_l$  (le travail thermodynamique d'adhésion d'un contact lisse) explique les données expérimentales pour un contact posé. Pour un contact mixte, les déformations dues à la présence des plots doivent être prises en compte comme on l'a fait pour un contact mou. Cette étude est en traitement dans l'équipe AFPO. De plus, on a vu dans la décharge d'un contact dur qu'un préfacteur de 1.5 doit être pris en compte pour comprendre les données expérimentales. On a émis l'hypothèse que ce préfacteur venait d'une déformation supplémentaire. Ainsi, comme pour un contact mou, on peut supposer qu'il vient de la déformation de l'avancement de la ligne de contact qui se déforme plus en présence de plots le long de son avancement. Ainsi, il faut passer aux éléments finis ou au modèle de E.Barthel, en l'adaptant à ce système de couche de plots, pour connaître avec plus de certitude comment les énergies d'adhésion évoluent avec la texturation de surface.

Pour finir, tous les modèles étudiés dans cette partie se basent sur des hypothèses de déformation des plots, du substrat et de la lentille. Pour valider ces hypothèses, il faudrait pouvoir observer les déformations dues à la couche de plots. C'est pourquoi l'utilisation d'un confocal serait intéressante. Une étude préliminaire de l'observation des plots sans contact et avec contact a été faite et est visible dans l'annexe A.1.



## Deuxième partie

### Friction aux interfaces texturées





# Table des matières

---

<b>VI</b>	<b>État de l'art</b>	<b>93</b>
VI.1	Friction solide : lois empiriques de Coulomb-Amontons	93
VI.2	Modélisation d'un contact glissant : les surfaces élastiques et la rugosité	94
VI.2.1	Loi de Tabor pour les élastomères	94
VI.2.2	Le paradoxe de la friction	94
VI.2.3	Modèle de Greenwood-Williamson : aspect statistique des contacts	95
VI.2.4	Modèle des « nanoblocs » de Personn	96
VI.3	Expériences : friction d'un monocontact	97
VI.3.1	Expériences à sondes nanométriques	97
VI.3.2	Expériences à sondes microscopiques et macroscopiques	99
VI.4	Expériences : friction d'un multicontact élastique pur	100
<b>VII</b>	<b>Dispositif expérimental : le test de friction</b>	<b>103</b>
VII.1	Description générale	103
VII.2	Protocole expérimental	104
VII.2.1	Définition de la ligne de base	104
VII.2.2	Choix de la vitesse de glissement	105
VII.2.3	Épaisseur des échantillons	106
VII.2.4	Différence de comportement aux interfaces PDMS/air et PDMS/PMMA lors de la réticulation	106
<b>VIII</b>	<b>Résultats expérimentaux</b>	<b>109</b>
VIII.1	Cas du contact lisse	109
VIII.1.1	Évolution du contact	109
VIII.1.2	Contrainte de cisaillement pour un contact lisse	110
VIII.2	Cas du contact texturé	110
VIII.2.1	Nature du contact	110
VIII.2.2	Évolution de la force tangentielle en contact posé	113
VIII.2.3	Évolution de la force tangentielle en contact mixte	114
VIII.3	Conclusion	115
<b>IX</b>	<b>Analyses des résultats et discussions</b>	<b>117</b>
IX.1	Contrainte de cisaillement d'un contact posé	117
IX.1.1	Influence de l'espacement centre à centre $i$	117
IX.1.2	Influence du diamètre des plots $d$	118
IX.1.3	Influence de la hauteur des plots $h$	119
IX.1.4	Influence du rayon de courbure $R$	121
IX.1.5	Évolution non linéaire de la force tangentielle	121
IX.1.6	Comparaison avec les données expérimentales	123
IX.2	La contrainte de cisaillement en contact mixte	124

---



# Introduction

Si la séparation de deux interfaces perpendiculairement l'une à l'autre fait intervenir les lois de l'adhésion, une autre situation où deux interfaces sont mises en contact et déplacées l'une par rapport à l'autre concerne les expériences du frottement ou de la friction. L'existence de forces qui empêchent deux surfaces de glisser l'une par rapport à l'autre est fondamentale pour de nombreuses applications qu'il serait trop long d'énumérer ici.

C'est au XV<sup>e</sup> siècle que Léonard De Vinci [51] fit les premières expériences sur la friction entre deux solides au niveau macroscopique. Il en déduit le concept de coefficient de friction et l'indépendance de la force de friction vis-à-vis de l'aire de contact apparent.

Plus tard, ces lois ont été formalisées par Amontons et Coulomb et servent à décrire la résistance au glissement entre deux surfaces se déplaçant l'une par rapport à l'autre à vitesse nulle ou finie. Ces lois sont phénoménologiques. Elles décrivent *a priori* de nombreuses situations pratiques faisant intervenir des surfaces réelles rugueuses.

L'objectif de cette partie est de présenter des résultats de mesure de la force de frottement entre une sphère et des surfaces planes texturées, du même type que celles utilisées dans la partie précédente et de comprendre le rôle de la texturation de surface sur la force de glissement en dynamique.

Cette partie s'articule de la façon suivante. Le premier chapitre est consacré à la présentation (succincte) de l'état de l'art sur le sujet. Le deuxième chapitre permet de décrire le dispositif utilisé et les principaux résultats obtenus. Le dernier chapitre est consacré à l'analyse des résultats expérimentaux.



# Chapitre VI

## État de l'art

Ce premier chapitre présente quelques résultats sur la friction. Il ne s'agit pas de développer un ouvrage de tribologie mais plutôt de rappeler le contexte de l'étude présentée dans ce manuscrit. On présentera dans un premier temps le détail des lois empiriques de Coulomb-Amontons avant de présenter quelques résultats importants concernant le rôle de la rugosité sur la friction, vu que l'objectif de notre travail est d'identifier le rôle d'aspérités élastiques modèles sur la friction.

### VI.1 Friction solide : lois empiriques de Coulomb-Amontons

La réaction au point de contact entre deux corps  $\vec{R}$  se décompose naturellement en une force tangentielle  $\vec{F}_t$  appelée force de friction et d'une force normale  $\vec{F}_n$  telle que :

$$\vec{R} = \vec{F}_n \vec{n} + \vec{F}_t \vec{t} \quad (\text{VI.1})$$

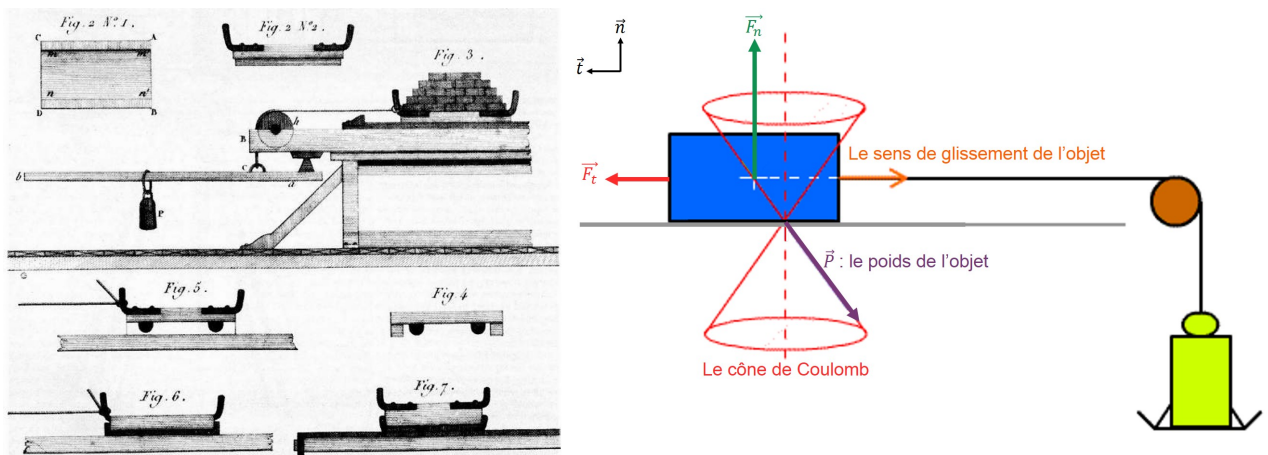


FIGURE VI.1 – Schémas explicatifs de la force de friction. À gauche, l'expérience de Coulomb [52]. À droite, le schéma des forces appliquées sur un objet.

La mise en mouvement d'un objet comme représentée sur la figure VI.1 fait intervenir deux régimes pour la force de friction : un régime pendant lequel les deux solides ne se déplacent pas l'un par rapport à l'autre avec un seuil pour lequel  $F_t = F_s$  au-delà duquel les deux solides se mettent à glisser l'un par rapport à l'autre. Le deuxième régime correspond au régime de glissement continu pour lequel une force de friction dynamique  $T_t = F_d$  est mesurée.

À partir des expériences, visibles sur la figure VI.1, réalisées par Coulomb et indépendamment par Amontons, il est possible de mesurer précisément ces différentes forces et d'en tirer les lois classiques du frottement dites lois de Coulomb-Amontons [52] :

- Première loi de Coulomb-Amontons :  $\vec{F}_n$  est proportionnelle à  $\vec{F}_t$ , quel que soit le régime, avec comme coefficient de proportionnalité le coefficient de friction  $\mu$  tel que

$$|F_t| = \mu |F_n| \text{ avec l'inégalité : } \mu_s = \tan \alpha \geq \mu_d \quad (\text{VI.2})$$

- Deuxième loi de Coulomb-Amontons : les coefficients de friction  $\mu_d$  et  $\mu_s$  des deux régimes sont indépendants de l'aire de contact apparent entre les deux solides en contact.
- Troisième loi de Coulomb-Amontons : le coefficient de friction dynamique  $\mu_d$  est indépendant de la vitesse de déplacement  $V$  entre les deux solides en contact.

Coulomb interprète ces lois en disant que les défauts des matériaux en contact appelés aspérités pourraient être la cause du comportement de la force de friction.

Il existe de nombreuses situations pour lesquelles ces lois phénoménologiques ne sont pas simplement vérifiées. Un cas bien connu est celui des élastomères (section I.1.2) comme on le reverra.

Par ailleurs, ces lois sont souvent un peu trop simples et l'on observe plusieurs phénomènes comme le vieillissement du coefficient de friction solide ou la dépendance non nulle du coefficient de friction avec la vitesse de glissement qui est responsable du phénomène de stick-slip.

## VI.2 Modélisation d'un contact glissant : les surfaces élastiques et la rugosité

### VI.2.1 Loi de Tabor pour les élastomères

Un modèle microscopique des lois de Coulomb et Amontons a été long à venir. Tabor et Bowden [53] ont précisé comment il était possible d'inclure les aspérités dans un modèle microscopique de friction. L'hypothèse est qu'un contact macroscopique d'aire apparente  $A_a$  est composé d'une multitude de contacts microscopiques conduisant à une aire réelle  $A_r$  beaucoup plus petite que l'aire apparente. En faisant l'hypothèse que les aspérités se comportent plastiquement, il déduit naturellement une saturation de la contrainte normale au niveau des aspérités à la valeur de la dureté du matériau. Dans un tel modèle, l'aire réelle de contact augmente naturellement linéairement avec la force normale. Si la résistance au glissement est due à la rupture d'aspérités adhésives entre les surfaces, il est alors naturel de supposer que la mise en mouvement de surfaces se fait avec une force proportionnelle à l'aire réelle de contact, et donc, proportionnelle à la force normale entre les surfaces. Ainsi, l'existence d'une force de friction est due à l'existence d'une contrainte de friction au niveau des aspérités microscopiques  $\tau$  :

$$\tau = \frac{F_t}{A_r} \quad (\text{VI.3})$$

### VI.2.2 Le paradoxe de la friction

L'existence d'une contrainte de friction  $\tau$  au niveau microscopique est une hypothèse souvent utilisée. Dans le cas de la friction PDMS-PDMS qui nous intéressera, cette hypothèse est raisonnable, comme on le verra. Néanmoins, cette hypothèse peut conduire *a priori* à des paradoxes.

Dans les expériences réelles, Bowden et Tabor mettent en contact deux matériaux plans possédant les mêmes caractéristiques mécaniques, c'est-à-dire de même module élastique  $E$  et de même coefficient de Poisson  $\nu$  [54]. Le contact est schématisé sur la figure VI.2(1). Si les matériaux sont élastoplastiques<sup>1</sup>, l'hypothèse que chaque aspérité atteint le seuil plastique conduit naturellement aux équations d'Amontons-Coulomb. Si les aspérités restent dans leur domaine élastique, alors on peut montrer aisément qu'on se retrouve dans une situation *a priori* incompatible avec les lois phénoménologiques observées.

En effet, si l'on fait l'hypothèse qu'un contact réel est constitué d'aspérités sphériques de même rayon  $R_{asp}$ , chaque aspérité supporte une charge  $f_n$  dépendant fortement du niveau de sollicitation et de la charge totale  $F_n$ . Pour la déformation d'un contact sphère-plan, Hertz (équation (II.9)) a montré

1. C'est-à-dire qu'il présente une zone purement élastique suivie d'un changement de comportement où la pente locale de la courbe  $\sigma = f(\varepsilon)$  est plus faible que dans la zone élastique. Ceci est caractéristique des déformations irréversibles sur le matériau et définit la zone plastique.

qu'il existe une relation simple entre le rayon de contact  $a_{asp}$  et le rayon de courbure de l'aspérité,  $R_{asp}$ , aboutissant à :

$$a_{asp}^2 = R_{asp}\delta \quad (VI.4)$$

Pour le régime élastique, à petite déformation comme cela est schématisé sur la figure VI.2(2), la

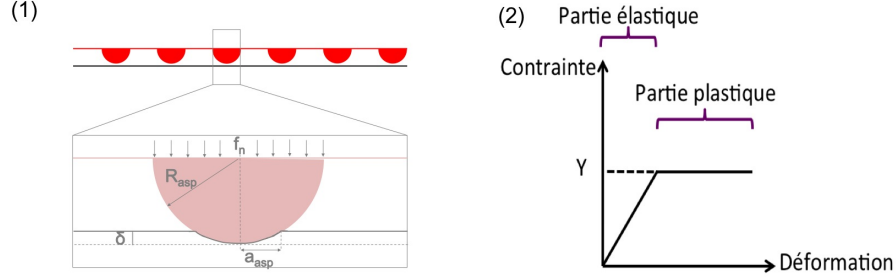


FIGURE VI.2 – (1)- Contact sphère/plan non adhésive (2)- Contrainte en fonction de la déformation.

formule de Hertz (section II.1.1) donne dans l'hypothèse où  $a_{asp} \ll R_{asp}$  :

$$a_{asp}^2 = R_{asp}\delta = \left( \frac{3f_n R_{asp}}{4E^*} \right)^{2/3} \quad (VI.5)$$

avec  $E^* = \frac{E}{(1-\nu^2)}$  qui est le module de Young réduit. Ainsi, l'aire de contact de chaque aspérité augmente comme  $F_n^{2/3}$ , ce qui conduit naturellement à

$$F_t \propto F_n^{2/3} \quad (VI.6)$$

Cette proportionnalité empêche le coefficient de frottement  $\mu$  d'être constant par rapport à l'aire de contact.

### VI.2.3 Modèle de Greenwood-Williamson : aspect statistique des contacts

Greenwood et Williamson ont proposé un modèle où les aspérités, dans une interface plan lisse/plan rugueux, ont une distribution de hauteur. Ces aspérités seront semblables pour leur rayon de courbure mais n'auront pas la même hauteur. Ils proposent ainsi, en 1966, une analyse de la force de friction en tenant compte d'aspérités distribuées statistiquement sur la surface [55]. Soit  $\Phi(z)dz$  la densité de probabilité d'aspérités sur la surface étudiée avec  $z$  la hauteur de celles-ci sur une distance  $dz$  comme on le voit sur la figure VI.3. Ils font une première hypothèse en supposant que les aspérités ne sont pas couplées, c'est-à-dire qu'elles sont assez éloignées les unes des autres pour les considérer comme isolées. Une seconde hypothèse consiste à prendre une distribution gaussienne des hauteurs des aspérités  $\Phi(z)$  ( $t$  est l'espérance mathématique et  $s$  est l'écart type). Si l'on met un plan à une distance  $d$  de la surface, comme on le voit sur la figure VI.3, la déformation des aspérités où  $z > d$  vaut  $z - d$  et le nombre d'aspérités  $n$  sous le contact vaut :

$$n = N_{asp} \int_{\infty}^0 \Phi(z) dz = N_{asp} \int_{\infty}^0 \frac{1}{s\sqrt{2\pi}} e^{-(z-t)^2/(2s^2)} dz \quad (VI.7)$$

De plus, ils définissent la rugosité de la surface comme l'écart type  $s$  de la gaussienne  $\Phi(z)$ . Le modèle conduit, pour  $s < d$ , à une relation simple entre l'aire réelle de contact et la force normale :

$$\langle A_r \rangle \sim F_n \left( \frac{R_{asp}^{1/2}}{s} \right) \frac{1}{E^*} \text{ et } n \simeq F_n \left( \frac{R_{asp}^{-1/2}}{s^{3/2}} \right) \frac{1}{E^*} \quad (VI.8)$$

En faisant l'hypothèse d'une contrainte de glissement, on retrouve naturellement les lois d'Amontons-Coulomb.



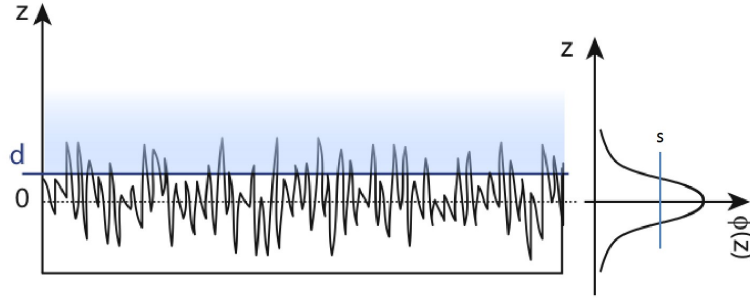


FIGURE VI.3 – Exemple d'aspérités à la surface d'un élément.

#### VI.2.4 Modèle des « nanoblocs » de Persson

La jonction adhésive entre deux aspérités ; qui forme un contact d'extension latérale  $a$  ; est représentée comme un ensemble unidimensionnel de blocs nanométriques de volume  $b^3$  qui jouent le rôle des « unités multistables » ce qui est schématisé figure VI.4.

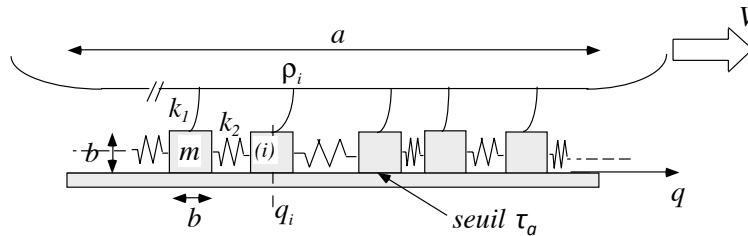


FIGURE VI.4 – Schéma d'une jonction entre deux aspérités, constituée de « nanoblocs » couplés élastiquement entre eux et à l'aspérité supérieure. Les blocs restent piégés sur le substrat inférieur tant que la contrainte qu'il supporte est inférieure à la valeur seuil de la contrainte de cisaillement  $\tau_a$ .

Ces blocs sont couplés élastiquement à leurs proches voisins par des ressorts de raideur  $k_2 \sim E_J b$  ( $E_J$  est l'énergie du joint) et à l'aspérité supérieure par des ressorts de raideur  $k_1 \sim k_2$ . En élasticité continue, si la contrainte est appliquée sur  $b^2$ , le champ de déformation pénètre sur une profondeur  $b$ . Pour que l'ensemble « bloc et ressort » du modèle discret de Persson constitue une unité élémentaire représentative de l'élasticité de la couche, il faut que  $k_1 \sim k_2$ . Le volume des aspérités entraînées par un glissement  $V$  (aspérité centrale sur la figure VI.4) et le volume des aspérités immobiles sont supposés constants. Donc, les interactions élastiques à longues portées via le volume et entre les blocs sont négligeables. Ainsi, chaque bloc (i), d'abscisse  $q_i$  se déplace selon les règles suivantes :

- $|\tau_i| < \tau_a$ , c'est-à-dire que  $\dot{q}_i = 0$  et donc le bloc est piégé.
- $|\tau_i| \geq \tau_a$  et donc le bloc est dépiégé.
- Quand  $\dot{q}_i$  s'annule, le bloc dont la dynamique est suramortie se piège de nouveau et le processus recommence.

À température nulle (zéro degré), l'étude numérique contenant  $10^4$  à  $10^5$  blocs conduit aux conclusions suivantes :

- En régime stationnaire, les blocs glissent de façon quasi indépendante et de façon non corrélée. Pour Persson, la non-corrélation est due à l'hypothèse que  $k_1 \sim k_2$ . Si  $k_2/k_1 \gg 1$ , le dynamisme de glissement entraîne des mouvements collectifs [56] ce qui ne permet plus de négliger les corrélations.
- Pour  $V < \sqrt{E_{asp} b^3 / m}$  (qui est la vitesse de propagation d'une jonction), la force de friction stationnaire est indépendante de la vitesse de glissement.
- La distribution stationnaire de la contrainte de cisaillement par bloc  $P(\tau)$  est indépendante de la vitesse de glissement.  $P(\tau)$  est à peu près uniforme et non nulle pour des contraintes de cisaillement comprises entre 0 et  $\tau_a$ .

Ces résultats peuvent être repris dans l'interprétation de type champ moyen car chaque bloc glisse

indépendamment des autres : chaque bloc piégé parcourt une caractéristique contrainte/déplacement du point de charge, celle-ci étant brutalement interrompue à la limite  $\tau_a$  où le bloc « saute ». En régime stationnaire, la fonction de distribution des contraintes de cisaillement est uniforme et vaut :  $P(\tau) = 1/\tau_a$ . La contrainte au niveau microscopique vaut alors :

$$\bar{\tau} = \int_0^{\tau_a} \tau P(\tau) d\tau = \frac{\tau_a}{2} \quad (\text{VI.9})$$

Pour finir, la présence de bruit thermique a des conséquences sur le dépiégeage des blocs :

- Chaque bloc piégé dans un état métastable où  $\tau < \tau_a$  peut se dépiéger sous l'effet du bruit thermique en franchissant une barrière d'activation  $\Delta U(\tau)$ .
- Pour une vitesse de glissement  $V$  de la plaque supérieure, la contrainte de cisaillement sur les blocs piégés augmente et les blocs peuvent se dépiéger par le processus cité ci-dessus. Plus la vitesse de glissement augmente, plus le temps que passe un bloc à une contrainte proche de la contrainte seuil est court. En glissement,  $P(\tau)$  est donc diminuée au voisinage de la contrainte seuil et au voisinage de la contrainte de coupure ( $\tau_c$  qui augmente avec la vitesse).

Baumberger *et al.* [57] ont montré que ce résultat peut être étendu aux situations dynamiques à basse vitesse de glissement en remplaçant  $V$  par  $\dot{x}$ . Ainsi le modèle de Persson rend compte de la dépendance logarithmique de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de glissement par aspérité. La figure VI.5 montre les données expérimentales du coefficient de friction dynamique en fonction de la vitesse (en échelle semi-logarithmique) de Ronsin [58]. Une droite peut passer par les données confirmant le modèle de Persson.

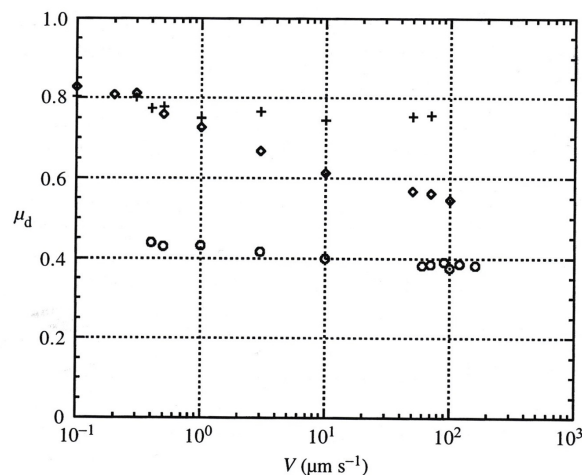


FIGURE VI.5 – Résultats de Ronsin [58] confirmant le modèle de Persson. Le coefficient de friction dynamique en fonction de la vitesse de glissement (en échelle semi-logarithmique) pour différentes températures (293 K pour les ronds, 333 K pour les losanges et 369 K pour les croix).

### VI.3 Expériences : friction d'un monocontact

En parallèle aux études à l'échelle macroscopique, il existe des études sur contact unique qui peuvent conduire à la détermination directe d'une contrainte de friction en s'affranchissant de la rugosité.

#### VI.3.1 Expériences à sondes nanométriques

Les techniques expérimentales de choix pour avoir un contact unique sont l'appareil à force de surface (SFA) [59] et le microscope à force atomique (AFM) [60].

Israelachvili *et al.* [61, 62, 63], par exemple, utilise le SFA<sup>2</sup> pour mesurer les forces de friction entre des surfaces en contact moléculaire comme on le voit sur la figure VI.6. Les mécanismes de friction

2. Le SFA (Surface Force Apparatus) est un appareil de mesure de forces à l'échelle moléculaire. Il permet de mesurer

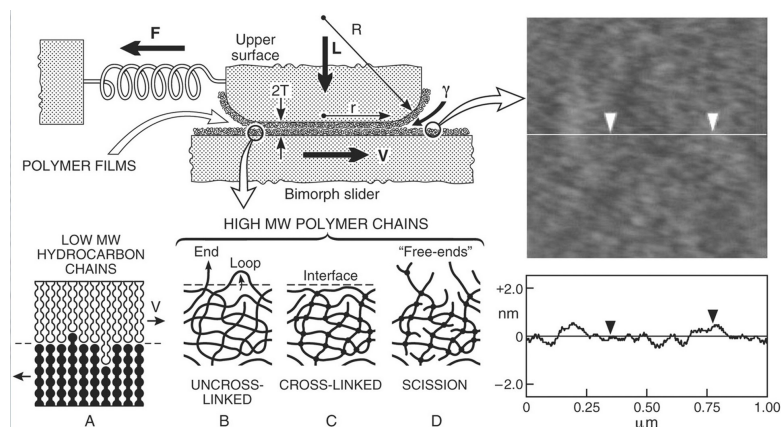


FIGURE VI.6 – Expérience de SFA avec un contact monocouche étudié de Israelachvili *et al.* [63].

peuvent ainsi être reliés [63] à l'adhésion en prenant en compte l'interdiffusion des chaînes de polymères entre les surfaces.

McGuiggan *et al.* [64], quant à eux, ont comparé le coefficient de friction du PDMS et du PFPE (Perfluoropolyether) pour des épaisseurs nanométriques. Les mesures ont été effectuées avec un SFA (cylindre de mica de rayon de courbure 1 cm) ou un AFM<sup>3</sup>. Avec le SFA, ils ont observé une dépendance linéaire de la force tangentielle avec la force normale permettant de définir un coefficient de friction. C'est assez paradoxal car on pourrait s'attendre à ne pas retrouver les lois d'Amontons-Coulomb sur des contacts aussi faiblement rugueux que ceux du SFA (figure VI.7).

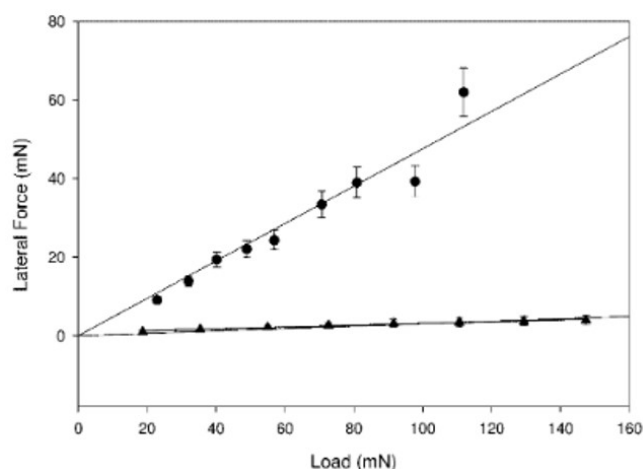


FIGURE VI.7 – Résultats de SFA entre une couche nanométrique de PDMS (les ronds), ou de PFPE (les triangles), et une lentille en mica de rayon de courbure 1 cm étudié par McGuiggan *et al.* [64].

Néanmoins, certains systèmes ont montré, comme on pouvait s'y attendre, que la bonne quantité à définir au niveau d'un contact unique est une contrainte de friction. Parmi ces résultats, on peut citer les expériences de Carpick *et al.* [65] sur la surface de graphène qui ont mis en évidence une augmentation forte de la friction sur des films de graphène, uniquement due à leur forte adhésion sur la pointe des AFM utilisés comme on le voit sur la figure VI.8.

les forces normales et les forces de friction entre deux surfaces macroscopiques dans une configuration de cylindres croisés qui, à de petites distances, est équivalente à un contact entre une sphère et une surface plane.

3. L'AFM est un microscope à force atomique. Il sonde une surface à l'aide d'une pointe de taille nanométrique. Ainsi, on peut avoir un contact atomique ce qui permet d'étudier la friction par exemple.

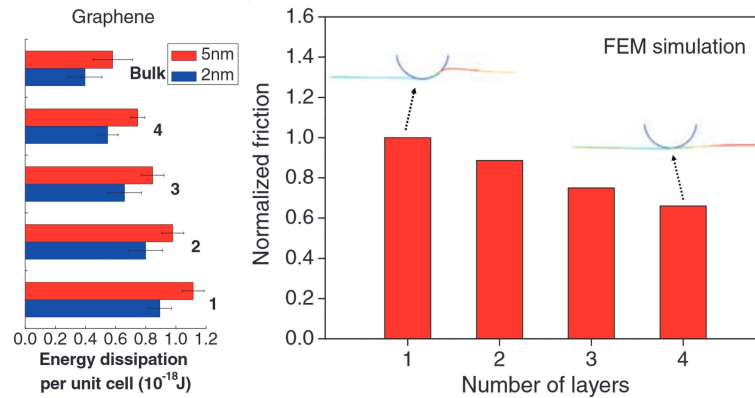


FIGURE VI.8 – Résultats de Carpick *et al.* [65] en AFM entre différentes couches de graphène (1, 2, 3, 4 ou un massif de plus de 1 couche) et une pointe d'AFM Mikromasch CSC17 de rayon de courbure de 5 à 10 nm. À gauche, l'augmentation de l'adhésion avec la diminution des couches de graphène pour des distances entre la surface et la pointe d'AFM de 2 et 5 nm. À droite, l'augmentation de la friction avec la diminution des couches de graphène.

### VI.3.2 Expériences à sondes microscopiques et macroscopiques

Un autre moyen de s'affranchir des problèmes de rugosité est d'utiliser des surfaces déformables relativement lisses. C'est la stratégie utilisée dans l'équipe dans laquelle cette thèse a été réalisée mais aussi choisie par d'autres chercheurs [18, 66, 67, 68]. Les surfaces modèles sont ainsi des surfaces de PDMS.

Chateauminois et Frétny [67, 68], par exemple, reconstruisent le champ des déformations et des contraintes sous un monocontact de PDMS entre une sphère ( $R \sim 1$  cm) et un plan, comme on le voit sur la figure VI.9, pour identifier le lien entre la force normale et la force de friction.

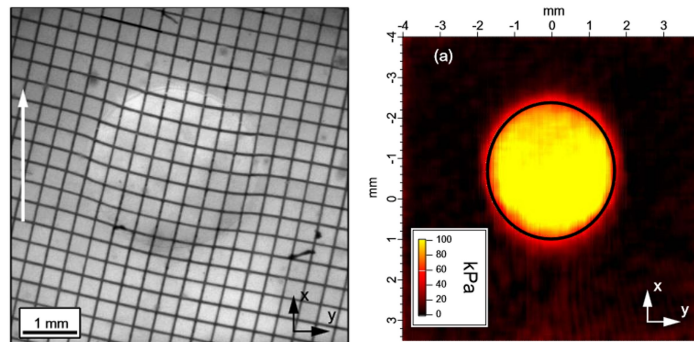


FIGURE VI.9 – À gauche, un monocontact entre une lentille en verre ( $R \sim 9.3$  mm) et une surface plane, lisse de PDMS étudié par Chateauminois et Frétny [67]. À droite, la reconstruction du champ des contraintes, dans la direction du glissement, sous le contact pendant un glissement à la vitesse de 0.1 mm/s.

En utilisant des mesures de la force de frottement entre une sphère de PDMS et des brosses de PDMS, C.Cohen [3] s'est ainsi intéressée aux mécanismes moléculaires de la friction lors d'expériences de friction dynamique. Elle a montré, avec des sphères de taille identique à celles présentées dans le premier chapitre de cette thèse qu'il existe bien une contrainte de friction, indépendante de l'aire de contact, ou de la pression, lors de la friction PDMS-PDMS comme on le voit sur la figure VI.10. Ceci lui a permis d'identifier l'influence des paramètres moléculaires de brosses de polymère sur la contrainte de friction.

Les systèmes PDMS-PDMS constituent donc ainsi des systèmes modèles pour lesquels il est possible d'être assuré que la friction à l'échelle d'un contact unique est bien décrite par une contrainte de friction

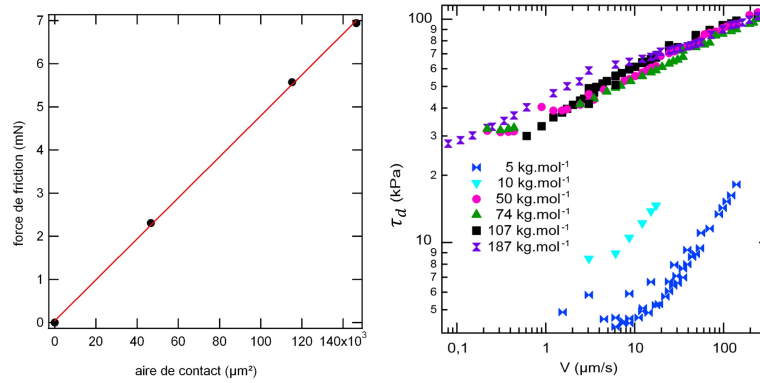


FIGURE VI.10 – Résultats obtenus par C.Cohen [69]. À gauche, la force de friction dynamique en fonction de l'aire de contact pour un contact lentille de PDMS et une couche de chaînes de PDMS adsorbées de 330 kg/mol. On observe une droite dont la pente vaut la contrainte de friction  $\tau$ . À droite, on observe la dépendance de la contrainte de friction en fonction de la vitesse de glissement pour un contact entre une lentille de PDMS et des chaînes greffées de PDMS de masses molaires différentes qui croisent la masse molaire entre enchevêtrement (9 kg/mol).

$\tau$  éventuellement dépendante de la vitesse de cisaillement entre les surfaces comme on le voit sur la figure VI.10. De telles surfaces ont donc permis à certains d'étudier l'influence de la rugosité sur la force de friction.

#### VI.4 Expériences : friction d'un multicontact élastique pur

Paradoxalement, il existe moins d'études sur de la friction sur des surfaces texturées modèles que sur de l'adhésion sur des surfaces texturées. Néanmoins quelques études existent [70, 71, 72].

En particulier, Bhushan *et al.* [71, 73] testent des surfaces avec une texturation modèle en contact plan/plan (piliers cylindriques terminés par un disque sur un réseau hexagonal) en déterminant un coefficient de friction. Ils mesurent que la friction change avec l'aire réelle de contact. Quand l'aire réelle de contact est obtenue avec une rugosité aléatoire, la friction est plus faible que lorsque la rugosité est contrôlée, comme on le voit sur le graphique de la figure VI.11.

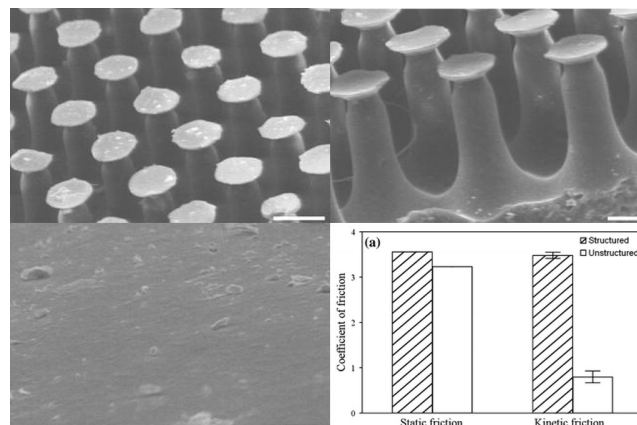


FIGURE VI.11 – Résultats étudiés par Bhushan *et al.* [71]. Les images du haut sont celles de la texturation de surface étudiée. En bas à gauche, une image de la rugosité aléatoire et à droite, la variation de la friction statique et dynamique entre une rugosité contrôlée et aléatoire.

Wu-Bavouzet *et al.* [74] ont regardé l'influence d'une texturation de surface (réseau hexagonal de plots cylindriques de rapport d'aspect proche de 1) dans un contact sphère/plan visible schématiquement sur la figure VI.12. Ils ont montré que la contrainte de friction peut se décomposer en deux

termes : une première partie due au contact posé (contact avec les sommets des plots uniquement) et une autre due au contact intime (contact total entre la lentille et le substrat obtenu en comprimant les plots) comme l'avaient également observé Israelachvili *et al.* [75, 76]. Ainsi, ils montrent que la force de friction peut s'écrire :

$$F_t = S_c (\alpha A_i + \beta A_p) \quad (\text{VI.10})$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont les proportions respectives de l'aire de contact intime et posé.

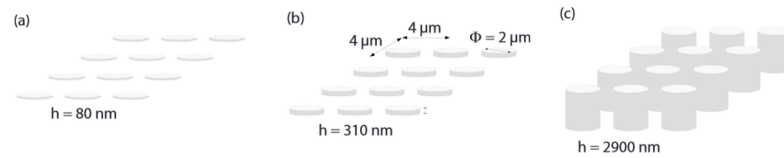


FIGURE VI.12 – Surfaces étudiées par Wu-Bavouzet *et al.* [74].



## Chapitre VII

### Dispositif expérimental : le test de friction

#### VII.1 Description générale

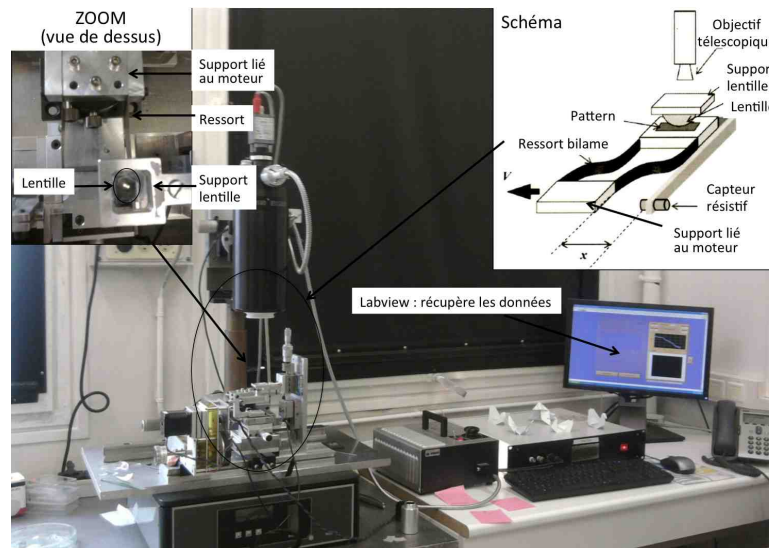


FIGURE VII.1 – Le test de friction.

Dans le cadre de cette étude, on a utilisé un test de friction microscopique où la force tangentielle est mesurée par un dispositif élaboré par l'équipe [77]. Tous les supports ont soit été fabriqués au laboratoire, soit achetés chez Newport<sup>®</sup> et Microcontrol<sup>®</sup>. Ce test est inspiré du test de JKR (partie III) servant à décrire l'adhésion. Le même type de contact (sphère lisse/plan éventuellement texturé) est étudié mais cette fois, un déplacement latéral de la surface par rapport à la lentille sphérique est imposé (figure VII.1).

Le test de friction consiste donc à déplacer latéralement la surface à étudier par rapport à une lentille pour étudier la force de friction entre ces deux objets. L'interfaçage de l'expérience a été programmé par le service Elinstru en utilisant le logiciel LabVIEW. Afin de suivre l'évolution du contact, une caméra (Sony XCD-SX90) associée à un objectif télescopique (Questar) est placée au-dessus du contact pour mesurer l'aire de contact. Grâce à un moteur pas-à-pas (IMS M-1719-1.55) couplé à une boîte de vitesse, la surface est déplacée avec des vitesses variant de  $0.01 \mu\text{m/s}$  à  $35 \mu\text{m/s}$ . La mesure de force s'effectue à l'aide du capteur de déplacement (HBM Q-11) couplé à un ressort bilame, dont la raideur  $k$ , permet d'obtenir la force de friction à l'aide de la loi des ressorts  $F = kx$  où  $x$  est le déplacement mesuré par le capteur. Comme pour le test JKR, la surface est sur une platine motorisée permettant le déplacement latéral. Durant chaque expérience, le réglage du parallélisme entre la surface étudiée et la lentille est primordial pour maintenir une aire de contact et une force normale constante.

Le dispositif de mesure de la force de friction est donc complémentaire au test d'adhésion JKR. À la fin de ma thèse, j'ai contribué à développer au laboratoire un nouveau tribomètre souple qui permettra dans l'avenir de pouvoir, au cours d'une expérience de friction avec observation de l'aire de contact,



de mesurer la force normale. Néanmoins, le tribomètre utilisé durant cette thèse a permis de mesurer la force  $F_t$  en fonction de l'aire de contact  $A_a$  pour comprendre le rôle d'aspérités élastiques modèles sur la friction.

## VII.2 Protocole expérimental

### VII.2.1 Définition de la ligne de base

Préalablement à chaque expérience, il faut calibrer le capteur de déplacement tangentiel pour obtenir une valeur de force en newton. Cette calibration se fait à l'aide de poids pour permettre de connaître la force tangentielle en newton. Le capteur de déplacement tangentiel donnant le déplacement en tension, on obtient ainsi la proportionnalité entre la tension du capteur et la force de friction en newton ( $T_c = 0.165 \text{ V/mN}$ ).

La force de friction  $F_t$  est obtenue de la manière suivante :

$$F(mN) = \frac{T(V) - T_0(V)}{T_c} \quad (\text{VII.1})$$

où  $T_0$  est la valeur de la ligne de base permettant d'avoir le zéro des forces de friction. L'expérience commence par une mesure de la ligne de base. Un premier contact est effectué suivi par un premier glissement (figure VII.2). Après, le contact est rompu pour avoir un temps d'expérience convenable et pour ne pas être bloqué dans un état métastable lors d'un glissement en contact texturé. La discrétisation du contact peut bloquer ce dernier dans un état métastable. Pour sortir de cette état métastable on rompt le contact et une deuxième ligne de base est mesurée avant le deuxième glissement (figure VII.2). Ce dernier glissement est effectué dans le sens inverse, avec une aire de contact proche de celle du premier glissement, pour toujours tester la même zone de l'échantillon.

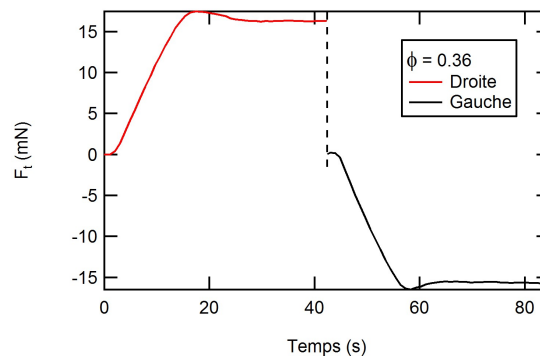


FIGURE VII.2 – Cycle d'une expérience de friction à la vitesse de glissement de  $10 \mu\text{m/s}$ . La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Sur la figure VII.2, on a tracé un cycle typique de la force tangentielle pour deux sens de déplacement. On remarque que les forces de friction lors des glissements démarrent bien au zéro des forces. Entre la prise de la tension de la ligne de base et le glissement, un léger déplacement de la surface peut avoir lieu dû au déplacement des ressorts. Ces ressorts peuvent dévier car ils sont légèrement inclinés à cause du réglage du parallélisme entre le support de la lentille et de la surface. Ce décalage entraîne un décalage des valeurs de la force de friction qui est pris en compte quand on relève les forces de friction. De plus, la force de friction retour est négative, car on est dans le sens inverse. Pour comparer les données des deux sens de glissement, la force de friction du deuxième glissement sera étudiée avec le signe inverse des résultats obtenus durant l'expérience.

Un cycle de friction est réalisé pour différentes aires de contact. La figure VII.3 représente un exemple d'ensemble de cycles effectués sur une même surface testée.

Les courbes de force en fonction du temps, visibles sur la figure VII.3, montrent les deux régimes de la friction : le régime statique (avant le trait continu noir) qui correspond à la charge élastique

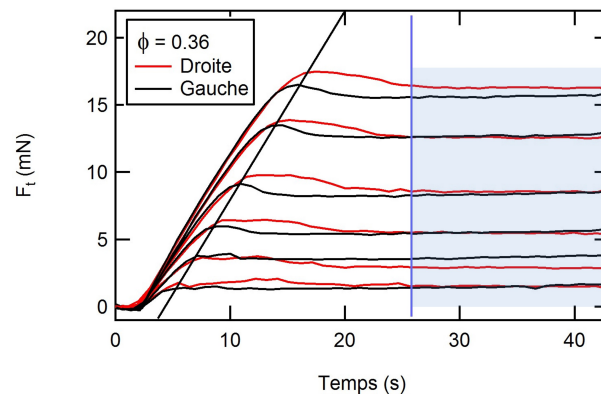


FIGURE VII.3 – Force en fonction du temps : le régime statique est avant le trait noir. Le régime en glissement est entre le trait noir et le trait bleu. Le régime stationnaire de glissement est dans le rectangle bleu. L’aire de contact diffère un peu entre les deux sens de glissement d’un cycle car il est difficile de faire deux fois le même contact. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

progressive du contact jusqu’au pic de stiction suivi du régime dynamique (après le trait continu noir) qui correspond à la mise en glissement. Le début du régime dynamique débute par une phase de stabilisation avant d’avoir une force de friction constante (dans le carré bleu de la figure VII.3). Si les pics de stiction ne sont pas nécessairement reproductibles (on remarque que les pics de stiction sont plus faibles lors du retour), on observe néanmoins que le régime de glissement stationnaire est reproductible. C’est ce régime qui a été étudié durant cette thèse.

La force de friction est relevée avec les aires de contact associées dans ce régime pour pouvoir tracer la force de friction en fonction de l’aire de contact apparente  $A_a$  ou réelle  $A_r$ . Comme nous l’avons montré dans la partie sur l’adhésion, le contact entre une sphère texturée et une surface lisse fait apparaître plusieurs types de contact : contact posé, ou contact mixte. L’aire de contact réelle est l’aire où il y a un contact entre la lentille et le plan lors du glissement. Pour un contact lisse, l’aire réelle vaut l’aire apparente alors que pour un contact texturé, l’aire réelle vaut :

$$A_r = \phi(A_a - A_i) + A_i \quad (\text{VII.2})$$

avec  $A_i$  l’aire du contact intime lors d’un contact mixte. Les aires de contact sont mesurées sur imageJ comme les images en JKR avec une calibration de l’image qui vaut  $0.6 \pm 0.05 \mu\text{m}/\text{pixel}$ .

### VII.2.2 Choix de la vitesse de glissement

Afin de valider le choix de la vitesse de glissement, une première série d’expériences a été faite pour différentes vitesses de glissement. À chaque vitesse, la contrainte de cisaillement, pour un contact lisse, a été obtenue au moyen de la méthode décrite en section VII.2 et est visible sur la figure VII.4.

On observe que la contrainte de cisaillement suit une loi de puissance en fonction de la vitesse avec un exposant de 0.2 proche de ce qui a été observé précédemment par Bureau *et al.* [77] et par Cohen *et al* [3].

Pour un contact texturé, en contact posé, on peut, en s’inspirant de ce qui a été fait par Wu-Bavouzet *et al.* [74] faire le même type d’expérience de mesure de force de frottement en fonction de la vitesse pour mesurer une contrainte de frottement en présence de surfaces rugueuses. Ceci sera plus détaillé dans la section suivante, mais quand on regarde comment cette contrainte de cisaillement varie avec la vitesse de glissement sur la figure VII.5, on voit qu’elle possède une évolution en vitesse en tout point semblable à l’évolution de la contrainte pour un contact lisse. On remarque également qu’il existe un décalage entre les contraintes de cisaillement avec un contact texturé et avec un contact lisse dû, a priori, à la texturation.

Nous avons choisi de regarder les effets de la texturation sur la contrainte avec une vitesse de glissement donnée, choisie égale à  $10 \mu\text{m}/\text{s}$ . Ce choix est arbitraire mais il correspond à un bon compromis

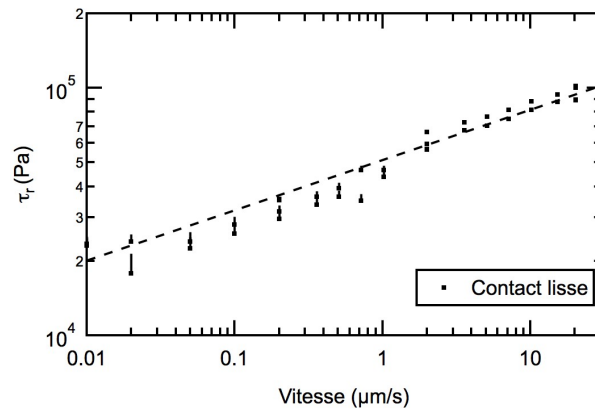


FIGURE VII.4 – Contrainte de cisaillement  $\tau$  en fonction de la vitesse de glissement (graphe en log-log). La lentille utilisée est la  $L_3$  du tableau I.1.

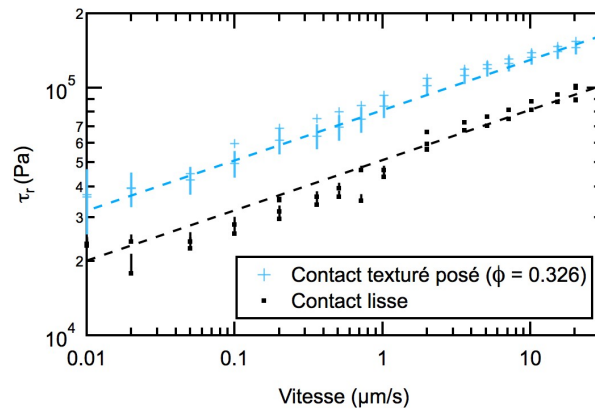


FIGURE VII.5 – Contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de glissement. Les variations sont les mêmes que pour un contact lisse. La lentille utilisée est la  $L_3$  du tableau I.1.

entre un temps d'expérience convenable et le minimum de déformation du contact lors d'un glissement que l'on observera en détail dans la section suivante. Par ailleurs, l'absence d'effet de vitesse anormale laisse penser qu'il n'y a pas d'effet remarquable à attendre de mesures à différentes vitesses.

### VII.2.3 Épaisseur des échantillons

Lors de la fabrication des surfaces, l'épaisseur totale des surfaces testées varie légèrement. Pour vérifier que la contrainte de cisaillement ne dépend pas de cette épaisseur, on a mesuré l'évolution de  $\tau$  avec l'épaisseur. Le résultat des mesures est visible sur la figure VII.6. On voit que la contrainte de cisaillement  $\tau$  ne change pas avec l'épaisseur pour des valeurs millimétriques. Ainsi, il est possible de comparer les résultats obtenus pour les différentes surfaces fabriquées car le changement d'épaisseur de ces dernières n'influence pas les résultats.

### VII.2.4 Différence de comportement aux interfaces PDMS/air et PDMS/PMMA lors de la réticulation

Si l'on regarde les courbes obtenues pour un contact lisse sur la figure VII.7, on remarque que la contrainte de cisaillement  $\tau$  est différente pour un contact lisse mou qui a réticulé face au PMMA lors de la fabrication des surfaces texturées (chapitre I.2), par rapport à un contact lisse où le PDMS a réticulé à l'air libre. Ce dernier a la même contrainte de cisaillement qu'une surface dure où du PDMS a été adsorbé.

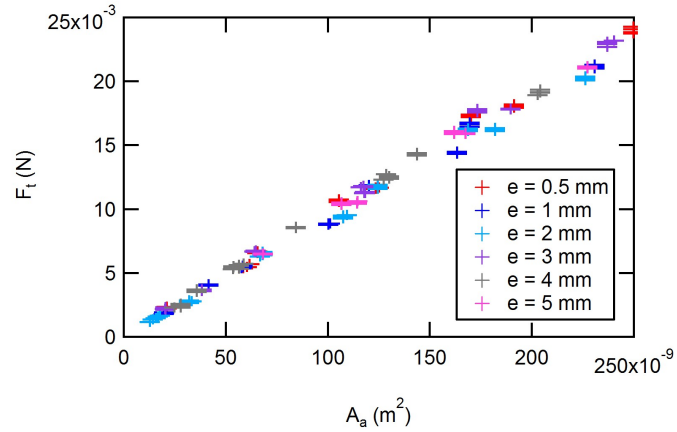


FIGURE VII.6 – Force de friction en fonction de l’aire de contact apparent pour un contact lisse et pour une épaisseur de l’échantillon. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Cette différence est peut-être due au contact du PMMA avec le PDMS lors de la réticulation. Le PMMA a peut être modifié la conformation des chaînes de surface du PDMS donnant lieu à une contrainte de friction différente. De plus, il existe une variabilité sur la valeur de la contrainte pour les différentes surfaces. Pour simplifier l’analyse de la contrainte de cisaillement, une normalisation de cette dernière sera faite entre celle obtenue sur les surfaces texturées et celles obtenues sur les surfaces lisses qui leur sont associées. Ainsi, on pourra observer l’influence de la texturation de surface et elle sera comparable entre les différentes surfaces molles et les surfaces dures.

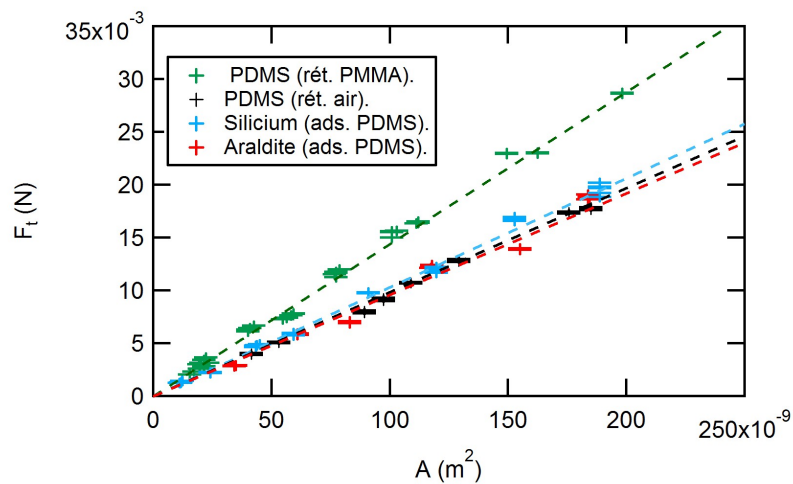


FIGURE VII.7 – Force de friction en fonction de l’aire de contact apparente pour différents contacts lisses. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1. + sont les données pour un contact lisse où la surface de PDMS a réticulée face au PMMA. + sont les données pour un contact lisse où la surface de PDMS a réticulée face à l’air. + sont les données pour un contact lisse dur de silicium avec du PDMS adsorbé. + sont les données pour un contact lisse dur d’Araldite avec du PDMS adsorbé.

## Chapitre VIII

### Résultats expérimentaux

Dans le chapitre précédent, on a détaillé le principe du test de friction et l'on a traité les artéfacts rencontrés durant les expériences pour attaquer dans ce chapitre l'évolution de la friction en fonction de la texturation de surface. La majeure partie des résultats présentés dans ce chapitre ont été réalisés avec une lentille de rayon de courbure de 2.61 mm ( $L_8$  dans le tableau I.1). Les expériences faites avec d'autres lentilles seront précisées.

#### VIII.1 Cas du contact lisse

##### VIII.1.1 Évolution du contact

La vitesse joue sur la contrainte de friction comme on l'a vu dans la section VII.2.2. De plus, elle joue également sur la forme du contact. La figure VIII.1 montre la forme d'un contact lisse, mou et dur, lors d'un glissement à la vitesse de  $10 \mu\text{m/s}$ .

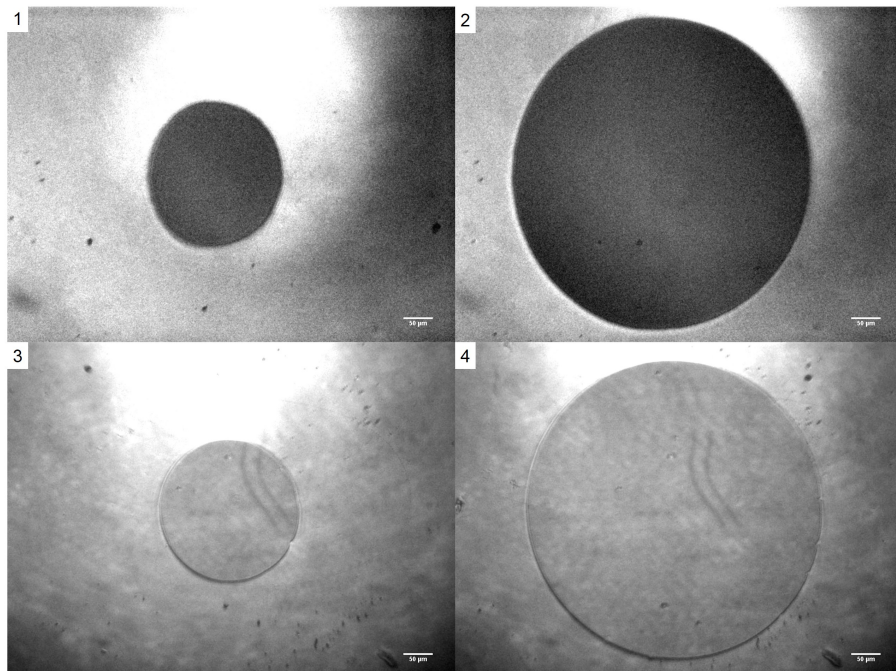


FIGURE VIII.1 – Forme du contact lors d'un glissement à  $10 \mu\text{m/s}$ . 1) et 2) Contact entre une lentille molle et un substrat lisse mou pour une petite et grande aire. 3) et 4) Contact entre une lentille molle et un substrat lisse dur pour une petite et grande aire. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

On voit sur cette figure que le contact se déforme plus quand les deux objets en contact sont élastiques et peuvent se déformer. Ces déformations sont visibles quelle que soit l'aire du contact. Schallamach [78] a expliqué que ces déformations venaient de l'élasticité de la lentille et des surfaces en

contact. De plus, Barthel *et al.* [68] ont développé un modèle expliquant en partie ces déformations en s'appuyant sur les données expérimentales de Chateauminos *et al.* [67] où ils regardent les contraintes locales lors d'un glissement. La compréhension de ces déformations et le peu de déformation que l'on voit dans les expériences montrent que l'on peut utiliser la loi de Tabor pour ce contact même s'il n'est pas sphérique mais quasi sphérique. Ainsi, la contrainte de cisaillement peut être tirée des expériences.

### VIII.1.2 Contrainte de cisaillement pour un contact lisse

La contrainte de cisaillement  $\tau$  vaut le rapport entre la force de friction et l'aire réelle. Ainsi, on obtient des droites passant par zéro quand on trace la force en fonction de l'aire de contact pour un contact lisse comme cela est visible sur la figure VIII.2. Cette linéarité est extrêmement robuste quelles que soient les aires de contact testées (comme on l'a vu sur les graphes VII.6 et VII.7).

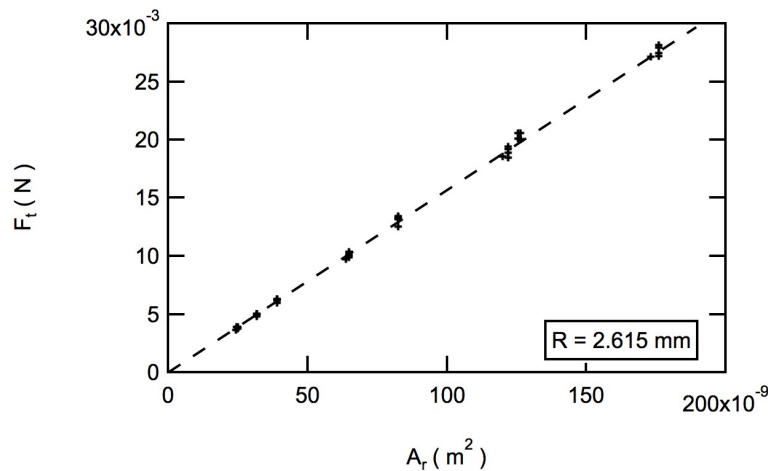


FIGURE VIII.2 – Force de friction en fonction de l'aire réelle pour un contact lisse : la pente de la droite vaut la contrainte de cisaillement  $\tau$ . La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

## VIII.2 Cas du contact texturé

### VIII.2.1 Nature du contact

Pour un contact texturé, la forme du contact est différente selon la nature du contact, de sa taille et de la vitesse de glissement.

Sur la figure VIII.3, on voit le contact posé à petites et grandes aires de contact pour un contact mou et dur. Pour des petites aires de contact et pour un contact mou, le contact est légèrement allongé et on observe la forme du réseau de plots hexagonal sur la périphérie du contact. Pour de grandes aires de contact, le contact est quasi sphérique avec la marque du réseau sur son contour. Pour un contact dur, il y a moins de déformation du contact car la lentille est la seule à se déformer. Au vue des images, le contact est considéré comme quasi sphérique, quelle que soit la taille du contact. On ne remarque la marque du réseau de plots que sur le contour ce qui ne permet pas d'avoir un contact sphérique mais qui s'en rapproche beaucoup.

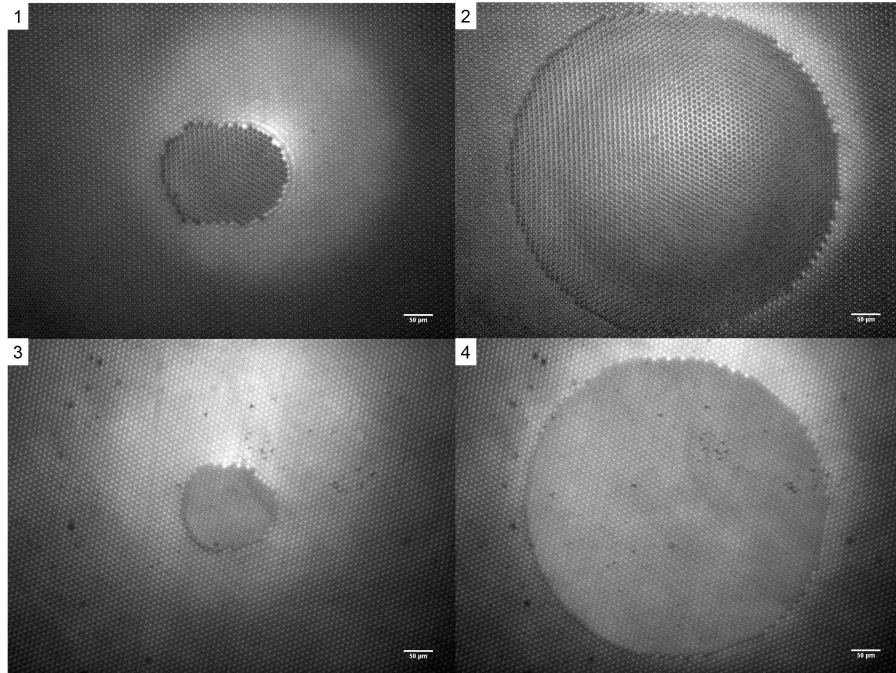


FIGURE VIII.3 – Forme du contact posé lors d’un glissement à  $10 \mu\text{m/s}$ . 1) et 2) Contact entre une lentille et une surface texturée  $\phi = 0.36$  déformable pour une aire petite et grande. 3) et 4) Contact entre une lentille déformable et une surface texturée  $\phi = 0.425$  indéformable pour une aire petite et grande. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Pour des grandes aires de contact, en augmentant la force normale ou en diminuant la densité de plots sous le contact  $\phi$ , le contact intime apparaît. En regardant la figure VIII.4, on observe le contact avant et pendant le glissement pour un contact mou ou dur. Comme vu dans la partie précédente, la force seuil  $F_c$  n’est pas la même entre un contact mou et dur. Le contact intime arrive donc pour des  $\phi$  plus grands pour un contact mou que pour un contact dur. Quand la proportion de contact intime est petite par rapport au contact total (images 1, 2, 3 et 4), on observe un décentrage du contact intime vers l’arrière du contact. La lentille ayant plus de contact avec le substrat dans la partie intime, ce dernier est plus difficile à faire glisser que dans le contact posé où juste le sommet des plots est en contact avec la lentille. Ainsi le contact intime se décentre lors du glissement quel que soit le module élastique de la surface texturée. Pour des  $\phi$  encore plus petits, le décalage par rapport au centre du contact disparaît quel que soit le module de la surface texturée. Ceci s’explique aisément en regardant la proportion de la zone intime : il y a peu de contact posé. C’est donc la partie intime qui contrôle la forme du contact en gardant une couronne étroite à sa périphérie. Ce décalage a tendance à confirmer que les contacts intime et posé dans un contact mixte peuvent être traités séparément comme l’a montré Wu-Bavouzet *et al.* [74].



Pour un contact texturé, la forme de ce dernier est en majorité sphérique. Il est donc important de vérifier dans un premier temps que si la loi de Tabor, assurant une proportionnalité entre la force de friction et l'aire de contact, est toujours vraie pour les expériences qui vont suivre.

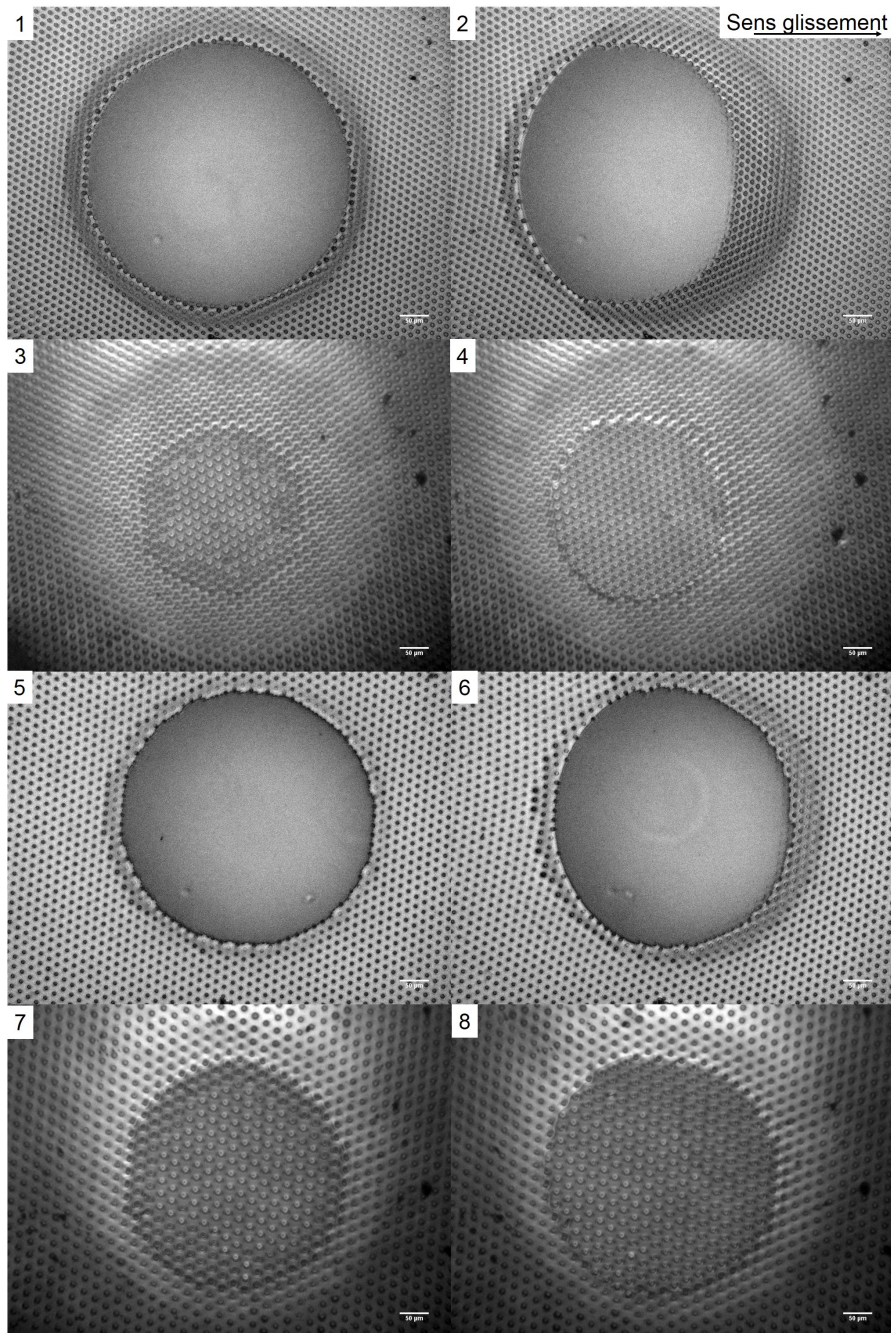


FIGURE VIII.4 – Contact mixte entre une lentille déformable et une surface texturée avant (1, 3, 5, 7) et pendant un glissement à  $10 \mu\text{m/s}$  (2, 4, 6, 8). 1) et 2) sont des contacts avec la surface texturée molle  $\phi = 0.166$ . 3) et 4) sont des contacts avec la surface texturée dure  $\phi = 0.096$ . 5) et 6) sont des contacts avec la surface texturée molle  $\phi = 0.113$ . 7) et 8) sont des contacts avec la surface texturée dure  $\phi = 0.072$ . La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1 du chapitre 2.

## VIII.2.2 Évolution de la force tangentielle en contact posé

Pour un contact posé, quand on trace la force de friction en fonction de l'aire de contact apparent comme sur la figure VIII.5, on remarque que l'on obtient des droites ce qui permet d'extraire une contrainte de cisaillement pour chacune des courbes.

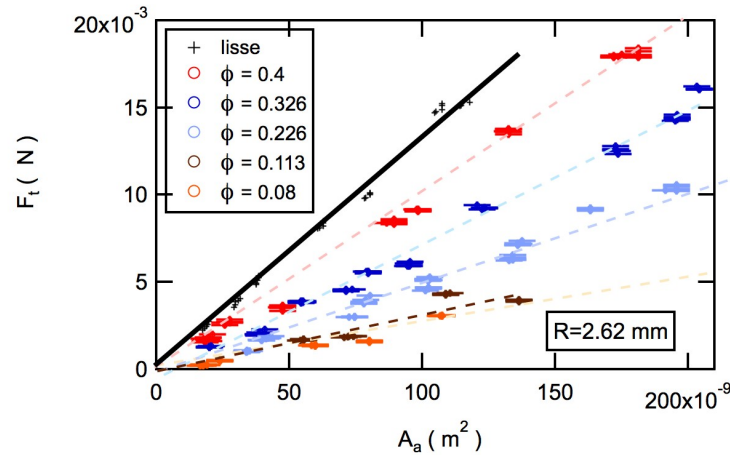


FIGURE VIII.5 – Force de friction pour un contact posé mou en fonction de l'aire de contact apparent. Ces courbes restent inférieures à celle du lisse. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Comme les données sont systématiquement inférieures à celles du contact lisse, la contrainte de cisaillement pour un contact apparent est toujours inférieure à celle du contact lisse. Pour finir, les pentes de chaque droite pour les contacts texturés diminuent avec  $\phi$ . Afin de tenir compte de l'influence de  $\phi$  au premier ordre, on peut s'intéresser à la contrainte de cisaillement réelle  $\tau_r$  en utilisant l'aire réelle  $A_r$  de contact vu que la force de friction est dépendante de l'aire réelle.

Sur la figure VIII.6, on a tracé la force de friction en fonction de l'aire réelle de contact qui est proportionnelle à  $\phi$  ( $A_r \propto \phi A_a$ ) pour un contact posé. Les courbes pour ce contact se rejoignent toutes sur une pente unique indiquant que la contrainte réelle semble indépendante de la densité surfacique de plots  $\phi$ .

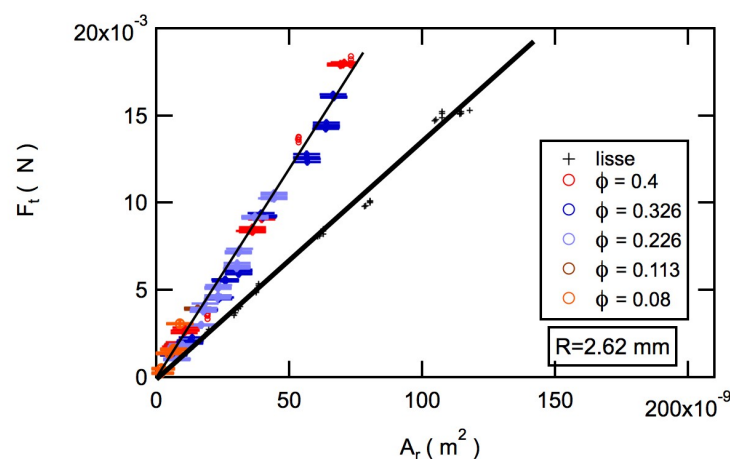


FIGURE VIII.6 – Force de friction pour un contact posé mou en fonction de l'aire de contact réelle. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1 du chapitre 2.

On peut, par contre, remarquer que la pente donnant la contrainte de cisaillement pour les surfaces texturées est toujours plus grande que pour un contact lisse. La texturation entraîne donc une augmentation de la contrainte due à la présence des plots. Cette augmentation semble être la même, quelle que soit la texturation de surface pour un contact posé.

### VIII.2.3 Évolution de la force tangentielle en contact mixte

Le contact mixte arrive à partir d'une certaine force seuil que l'on a décrit dans la partie sur l'adhésion (section V.1) et après le contact posé. Pour les expériences de friction, durant un glissement, la transition temporelle entre le contact posé et le contact mixte n'a pas été observée. Quand on regarde la force de friction en fonction du contact apparent pour une surface où le contact mixte apparaît, on voit bien qu'il y a un lien entre le contact posé et le contact mixte vu qu'il arrive à la suite du contact posé (figure VIII.7).

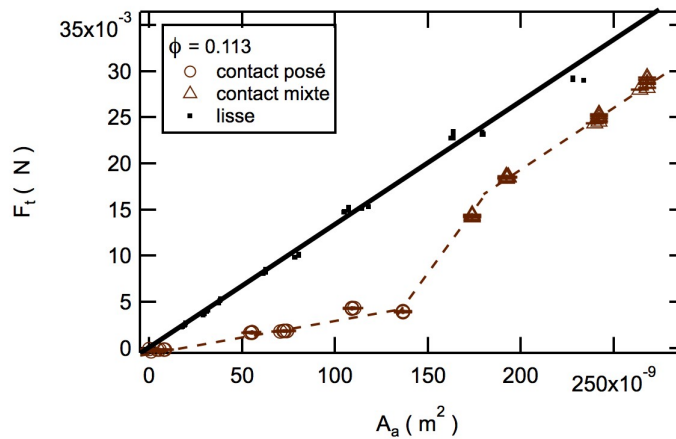


FIGURE VIII.7 – Force de friction pour un contact texturé mou en fonction de l'aire de contact apparent. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Sur la figure VIII.7, on remarque que pour un contact posé, les données sont sur une droite affine dont la pente vaut la contrainte de cisaillement. Après le seuil, on observe une transition vers le contact mixte. Dans ce type de contact, les données de la force de friction en fonction de l'aire de contact apparente semble suivre une nouvelle tendance linéaire avec une pente semblable à celle du lisse.

Les courbes de force en fonction de l'aire de contact apparente ou réelle sont présentées sur la figure VIII.8 pour un contact mixte uniquement et montrent bien une pente identique au contact lisse.

On remarque sur cette figure que les points expérimentaux proches de la transition (pour les aires de contact les plus petites sur la figure VIII.8) apparaissent à des aires de contact différentes suivant la texturation. De plus, on voit que plus  $\phi$  est petit, plus le contact mixte arrive à des aires de contact petites. Ceci est en lien avec la force seuil qui diminue avec  $\phi$ . On remarque également que les courbes pour les surfaces texturées ont la même pente que pour un contact lisse avec un décalage à l'origine. Le décalage par rapport au contact lisse semble être introduit par le régime du contact posé vu que la droite du contact mixte démarre à la fin de la pente du contact posé comme on l'a vu sur la figure VIII.7. Pour finir, on remarque que la pente du contact lisse est obtenue pour les contacts texturées quand on trace la force de friction en fonction de l'aire de contact apparente mais aussi quand on la trace en fonction de l'aire de contact réelle.

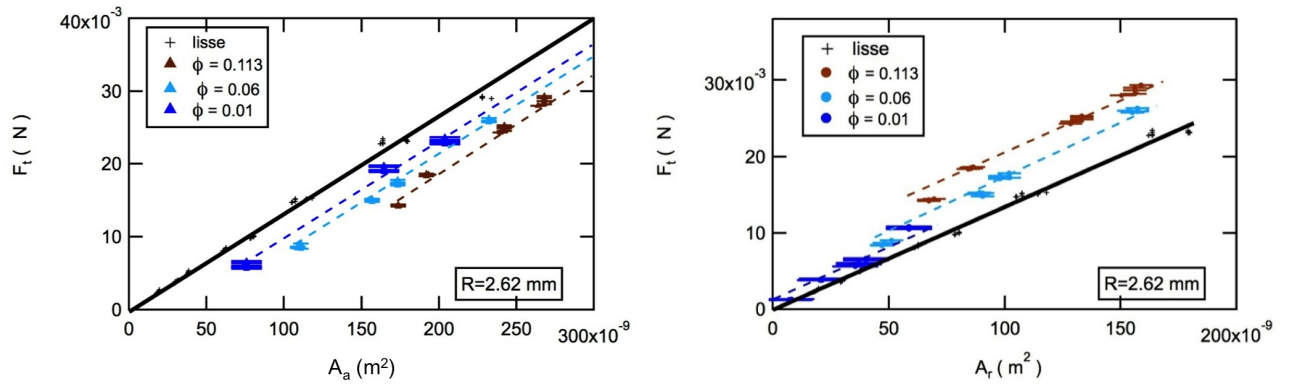


FIGURE VIII.8 – Force de friction pour un contact mixte et mou en fonction de l’aire de contact apparent (à gauche) et réelle (à droite). La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

### VIII.3 Conclusion

Pour conclure sur le chapitre des résultats en friction, on peut voir que la texturation de surface entraîne une différenciation de l’évolution de la force de friction en fonction de l’aire de contact selon si le contact est posé ou mixte. Dans un contact posé, quand on l’étudie en fonction de l’aire de contact réelle ou apparente, on peut obtenir une contrainte de cisaillement selon les différentes surfaces texturées. Dans un contact mixte, on observe une pente entre la force de friction et l’aire de contact (qu’elle soit réelle ou apparente) qui est la même que pour un contact lisse. La différence du contact mixte avec le contact lisse se situe dans le décalage des données par rapport à l’origine. Pour un contact lisse, les données expérimentales passent par zéro alors que pour un contact mixte elles sont décalées par rapport au zéro selon l’évolution de la force de friction dans le contact posé.



# Chapitre IX

## Analyses des résultats et discussions

On a vu dans le chapitre précédent qu'une contrainte de cisaillement pouvait être définie à partir des courbes de force de friction en fonction de l'aire de contact pour un contact posé puisque l'on obtenait une dépendance linéaire entre ces deux grandeurs. De plus en contact mixte, on a observé un décalage des courbes de force de friction en fonction de l'aire de contact par rapport aux courbes obtenues en contact lisse qui semble lié aux valeurs de la force seuil et de la contrainte de cisaillement en contact posé. Dans ce chapitre, on va commencer par analyser les variations de la contrainte de cisaillement en contact posé en fonction de plusieurs variables du problème que sont  $h$ ,  $d$ ,  $i$ , les paramètres géométriques de la texturation mais également en fonction du module élastique du substrat  $E$  et du rayon de courbure de la lentille  $R$ . On développera ensuite un modèle préliminaire pour essayer de comprendre les résultats en contact posé. Pour finir, on va étudier les résultats obtenus en contact mixte.

### IX.1 Contrainte de cisaillement d'un contact posé

#### IX.1.1 Influence de l'espacement centre à centre $i$

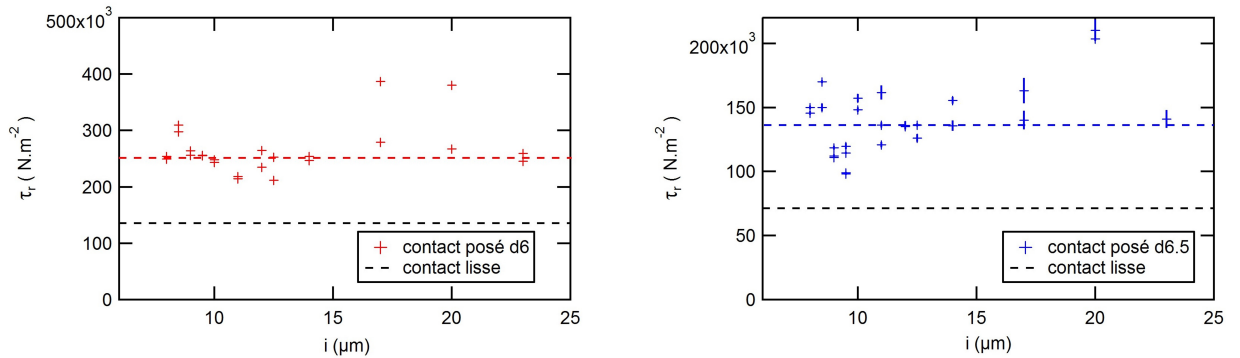


FIGURE IX.1 – Contraintes de cisaillement, pour un contact posé mou (à gauche) et dur (à droite), en fonction de l'espacement centre à centre des plots  $i$  avec  $d=6 \mu\text{m}$  et  $h=2.3 \mu\text{m}$ . La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1. On rappelle en pointillé noir la valeur de la contrainte sur une partie lisse du même substrat.

La contrainte de cisaillement  $\tau$ , en contact posé, a été obtenue pour différents  $\phi$  avec un diamètre de plots  $d$  de  $6 \mu\text{m}$ , une hauteur de plots  $h$  de  $2.3 \mu\text{m}$  et un espacement centre à centre  $i$  variable. Elle correspond à la pente sur les courbes de force de friction en fonction de l'aire de contact réelle pour les différents  $\phi$  (ou d'espacement centre à centre des plots  $i$  vu que le diamètre des plots  $d$  et leurs hauteurs  $h$  ne varient pas). Sur la figure IX.1, les valeurs des contraintes de cisaillement pour des contacts lisses et texturés sont visibles pour les deux types de substrat testés (PDMS et Araldite). On observe deux choses : premièrement, la contrainte de cisaillement est plus grande sur des surfaces texturées que sur des surfaces lisses et, deuxièmement, malgré l'adsorption du PDMS sur les surfaces

texturées dures, la contrainte de cisaillement sur surfaces lisses d’Araldite n’est pas la même que sur surface molle.

Pour étudier le rôle de la texturation, nous renormaliserons par la suite la contrainte mesurée sur les texturations  $\tau_r$  par la contrainte mesurée sur la partie lisse  $\tau_l$  pour s’intéresser à l’augmentation de la friction induite par la texturation.

Avant cela, si on observe les valeurs de contraintes de cisaillement sur les surfaces texturées, on peut constater qu’elles sont relativement bruitées, variant de 200 à 300 kPa (sauf 2 points aux environs de 400 kPa) pour le PDMS et variant de de 100 à 200 kPa pour l’Araldite mais qu’on peut définir une valeur moyenne égale à 254 kPa pour le PDMS et à 135 kPa pour l’Araldite.

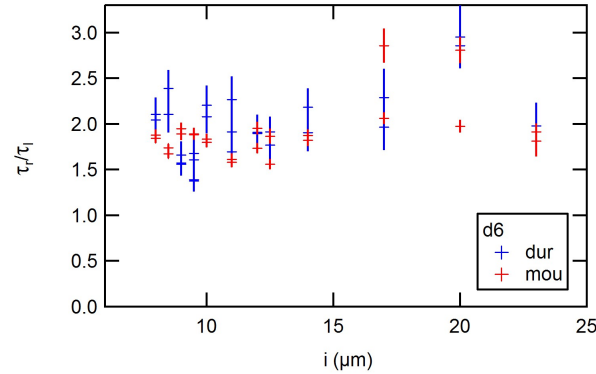


FIGURE IX.2 – Contrainte de cisaillement normalisée (par la contrainte de cisaillement du contact lisse associé à l’échantillon où il y a la texturation), en contact posé, en fonction de  $i$  avec  $d$  qui vaut  $6 \mu\text{m}$  et  $h$  qui vaut  $2.3 \mu\text{m}$ . La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Sur la figure IX.2 représentant la normalisation de la contrainte  $\tau_r/\tau_l$  en fonction de l’espacement centre à centre des plots  $i$ , on remarque plusieurs choses. La première est, qu’à diamètre de plots donné, on ne remarque pas d’influence de la distance entre les plots. La seconde chose est que l’augmentation de la contrainte de friction, en contact posé, ne semble pas être influencée par le module de la surface texturée.

Ce résultat est plutôt surprenant puisqu’il semble indiquer que la complaisance de la couche de plots qui varie avec l’espacement  $i$  et le module élastique du substrat n’entrent pas en compte dans la description de cette augmentation. Il va en contradiction avec les hypothèses formulées [79] proposant un mécanisme d’augmentation de la friction induit par l’énergie élastique stockée dans les plots. Néanmoins, l’effet de la texturation est de presque doubler la valeur de la contrainte de cisaillement par rapport au cas lisse puisque la valeur moyenne du rapport  $\tau_r/\tau_l$  est autour de 2.

### IX.1.2 Influence du diamètre des plots $d$

Pour tester l’influence du diamètre des plots  $d$  sur la contrainte de cisaillement normalisée dans le cas de plots mous, on la trace en fonction de l’espacement centre à centre des plots  $i$  pour deux diamètres de plots différents ( $3 \mu\text{m}$  et de  $9 \mu\text{m}$ ) sur la figure IX.3. On peut comparer ces deux courbes à la courbe IX.2 tracée précédemment. On remarque en comparant ces trois graphes qu’on observe la même augmentation de friction pour des diamètres de plots  $6 \mu\text{m}$  et  $9 \mu\text{m}$  avec une valeur moyenne équivalente ( $\tau_r/\tau_l \simeq 2$ ). L’augmentation de friction obtenue pour des plots de diamètre  $3 \mu\text{m}$  est significativement plus faible.

Pour étudier plus généralement l’effet du diamètre des plots, on peut faire varier le diamètre des plots  $d$  en conservant le rapport de maille  $i/d$  constant (à  $i/d = 2$  par exemple) tout en gardant une hauteur de plots fixe de  $2.3 \mu\text{m}$ . On obtient la figure IX.4 qui représente les contraintes de cisaillement apparentes normalisées  $\tau_a/\tau_l$  et texturées normalisées  $\tau_r/\tau_l$  en fonction du rapport d’aspect des plots dans le cas d’un contact posé mou ou dur.

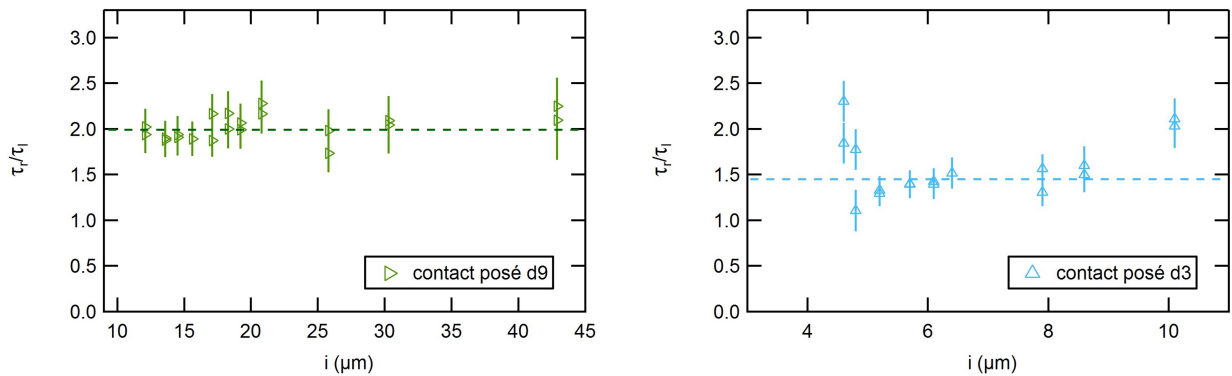


FIGURE IX.3 – Contrainte de cisaillement normalisée (par la contrainte de cisaillement du contact lisse associé à l'échantillon où il y a la texturation), en contact posé, en fonction de l'espacement centre à centre des plots  $i$  avec  $d$  qui vaut  $3 \mu\text{m}$  (à droite),  $9 \mu\text{m}$  (à gauche) et  $h$  qui vaut  $2.3 \mu\text{m}$  pour les deux courbes. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1 .

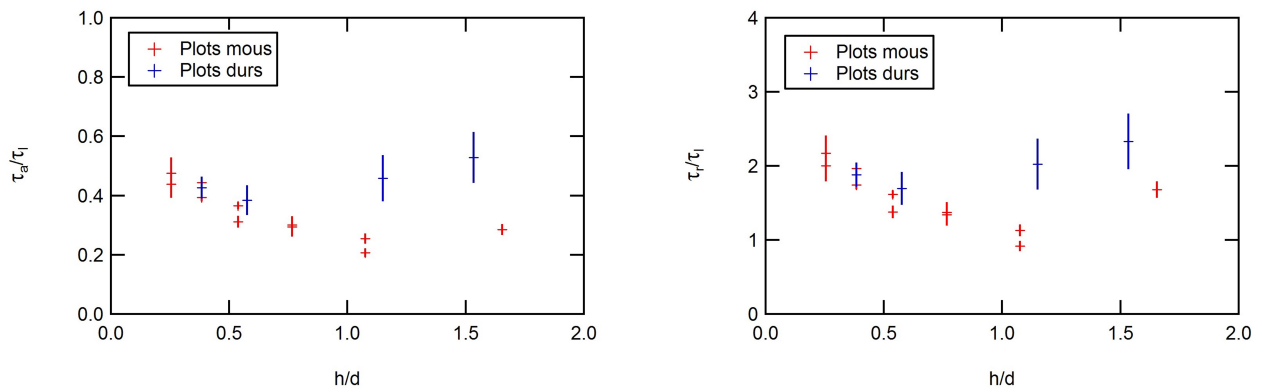


FIGURE IX.4 – Contrainte de cisaillement normalisée apparente (à gauche) et réelle (à droite) en contact posé, en fonction du rapport d'aspect  $h/d$  des plots durs et mous où  $h = 2.3 \mu\text{m}$  et  $d$  varie de  $1.5 \mu\text{m}$  à  $9 \mu\text{m}$ . Elle est normalisée avec la contrainte de cisaillement du contact lisse faite sur le même échantillon que le contact texturé. Les lentilles utilisées sont les  $L_8$  et  $L_9$  du tableau I.1.

On remarque que pour des rapports d'aspect inférieurs à 1 environ, on ne voit aucune différence dans l'augmentation de la friction entre plots durs ou mous. Par contre, dès que le rapport d'aspect des plots devient supérieur à 1, les plots durs et mous se comportent différemment. Cette valeur est proche de la valeur seuil du rapport d'aspect qui caractérise un rapport d'aspect pouvant conduire à un flambage des plots (la valeur seuil est de 1.3 [42]).

Un rôle de flambage de surface pourrait ainsi permettre d'expliquer la diminution progressive de la contrainte de frottement observée sur les deux lentilles utilisées. En effet, on observe une contrainte mesurée sur la surface molle qui décroît avec  $h/d$  avant de saturer à grands rapports d'aspect.

Ce résultat est en contradiction avec des résultats moins systématiques réalisés par Degrandi-Contraire et al. [79]. Nous devons revenir sur ce point.

### IX.1.3 Influence de la hauteur des plots $h$

Pour compléter l'influence du rapport d'aspect des plots sur la contrainte de cisaillement, des expériences ont été réalisées pour des hauteurs de plots différentes, en contact posé, comme ce que l'on peut voir sur la figure IX.5 en conservant un diamètre constant. On se rend compte que la contrainte de cisaillement normalisée évolue en fonction de la hauteur des plots  $h$  pour  $\phi = 0.1$  avec une valeur moyenne de 2.5 alors qu'elle reste quasi constante pour les autres valeurs de  $\phi$  autour de 1.5.



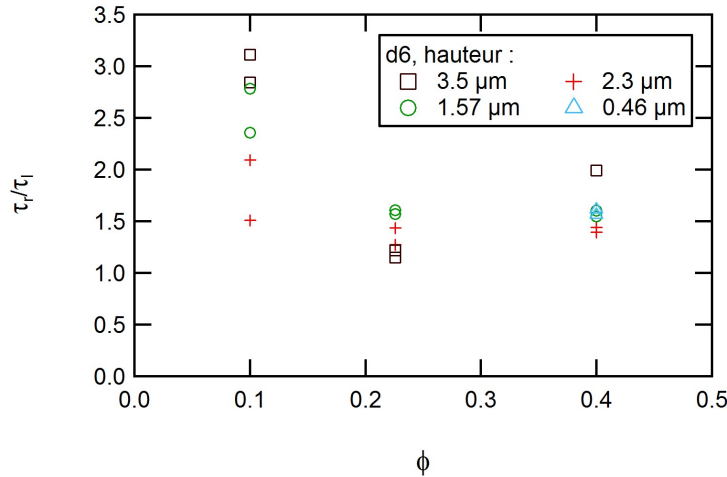


FIGURE IX.5 – Contrainte de cisaillement en fonction de  $\phi$  pour un diamètre de plots de 6  $\mu\text{m}$  et des hauteurs de plots différentes. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Pour  $\phi = 0.1$ , on a vu dans la partie consacrée à l'adhésion qu'il y a peu de plots sous le contact (chapitre V). Cette discrétisation du contact entraîne une mauvaise estimation<sup>1</sup> de l'aire de contact apparent vu qu'il est difficile de trouver la limite du contact posé quand il y a peu de plots sous le contact. Ceci entraîne une sous-estimation de la contrainte de cisaillement. De plus, pour des hauteurs de plots où le flambage des plots existe, l'aire de contact réelle est certainement sous-estimée entraînant une surestimation de la contrainte de cisaillement. Si l'on regarde plus attentivement comment évolue la contrainte de cisaillement apparente en fonction de la hauteur des plots pour  $\phi = 0.1$ , on observe sur la figure IX.6 que la contrainte de cisaillement apparente et normalisée semble indépendante du rapport d'aspect  $h/d$  où  $h$  varie alors que la contrainte réelle normalisée évolue sur une large gamme de valeur marquant ainsi le problème de la définition de l'aire réelle de contact.

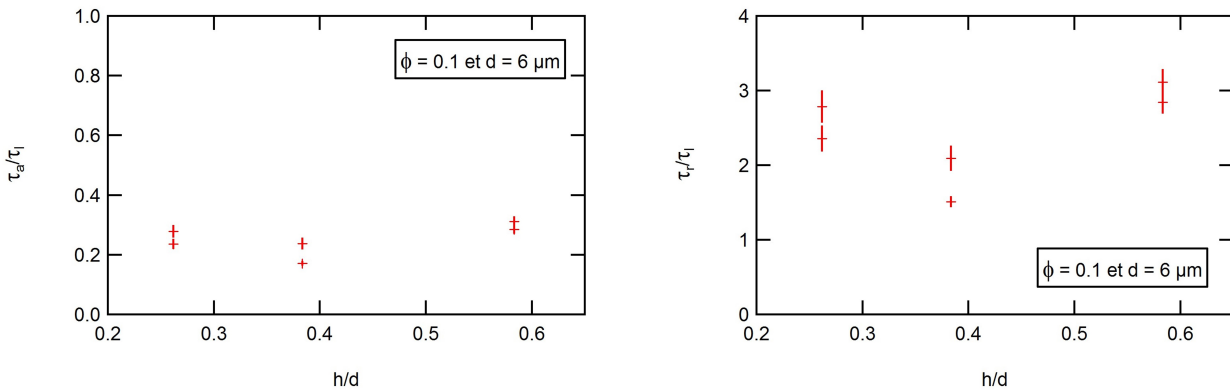


FIGURE IX.6 – Contrainte de cisaillement apparente (à gauche) et réelle (à droite) et normalisées (avec la contrainte de cisaillement du contact lisse fait sur le même échantillon que le contact texturé, en contact posé, en fonction de  $h$  pour un diamètre de plots de 6  $\mu\text{m}$ . Les lentilles utilisées sont les  $L_8$  du tableau I.1.

Pour conclure, on se rend compte que la texturation de surface augmente la contrainte de cisaillement quelle que soit la valeur du module élastique ou des paramètres géométriques de la texturation. Compte tenu des rapports d'aspect testés, les effets de ces paramètres doivent être trop faibles pour pouvoir les différencier sur nos résultats.

1. Pour récupérer la valeur du contact apparent dans ces cas, on choisira comme limite du contact apparent le milieu entre le dernier plot en contact et le premier plot hors du contact. Ceci entraîne une augmentation de l'aire de contact réelle car la cellule de Wigner n'est pas correcte (section IV.2).

### IX.1.4 Influence du rayon de courbure $R$

La différence de valeurs obtenues d'augmentation de la contrainte de friction en fonction de la lentille sphérique utilisée était néanmoins un point assez délicat et difficilement compréhensible. Sur la figure IX.7, on a tracé la force de friction, normalisée par la contrainte mesurée sur surface lisse, en fonction de l'aire de contact réelle, pour différentes lentilles sphériques. La différence *a priori* entre ces lentilles est leur rayon de courbure. Le résultat surprenant est le suivant : pour une même surface texturée mais testée avec différentes lentilles de rayons de courbure différents, les courbes sont différentes. Premièrement, les courbes ne sont pas des droites et la non-linéarité de celles-ci semble dépendre du rayon de courbure. Plus précisément, plus le rayon de courbure est petit et plus la non-linéarité apparaît rapidement. Deuxièmement, la pente à l'origine n'est pas égale à 1 marquant une augmentation de la friction induite par la texturation mais qui dépend du rayon de courbure de la lentille.

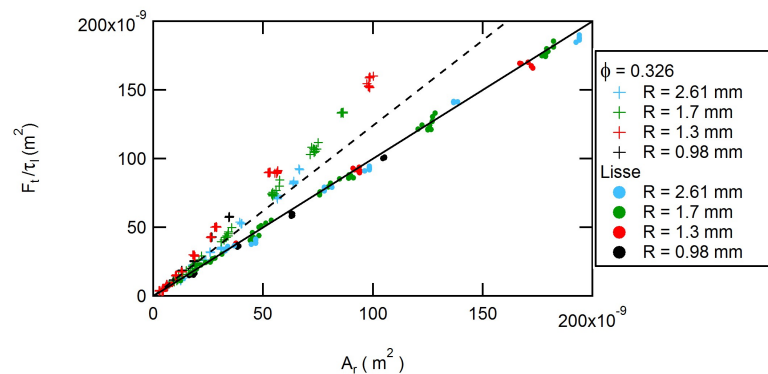


FIGURE IX.7 – Force de friction pour un contact texturé mou en fonction de l'aire de contact réelle. La non-linéarité des courbes est plus présente pour une lentille de rayon de courbure faible. Les lentilles utilisées sont les  $L_8$ ,  $L_5$ ,  $L_3$  et  $L_4$  du tableau I.1.

Finalement, on se rend compte que cette non-linéarité n'apparaît que pour des contacts texturés car, pour un contact lisse, la contrainte reste constante quel que soit l'aire de contact comme on l'a vu sur les figures VIII.2, VII.6 et VII.7.

Les études faites précédemment sur la contrainte de cisaillement ont été faites pour une lentille avec un rayon de courbure grand ce qui a empêché la non-linéarité d'apparaître pour les gammes de contact que l'on observe. Ainsi, les effets de la géométrie de surface et du module élastique doivent sûrement se cacher dans cette non-linéarité. Il faut donc essayer d'identifier ce phénomène si on veut comprendre l'augmentation observée de la contrainte de cisaillement avec les surfaces texturées.

### IX.1.5 Évolution non linéaire de la force tangentielle

Une des premières hypothèses qui permettrait de comprendre pourquoi la contrainte de cisaillement augmente avec la texturation de surface serait que la flexion des plots entraîne cette augmentation. Or, si cela était le cas, il y aurait une différence entre la contrainte de friction sur une surface avec des plots mous et durs que l'on n'observe pas (voir figure IX.2). Il faut donc trouver une autre explication. On vient de voir que l'effet du module élastique et de la géométrie devait sûrement apparaître avec la non-linéarité visible en modifiant le rayon de courbure. Ainsi, il faut trouver une explication en lien avec les déformations de la lentille.

Quand on regarde plus attentivement l'interface, schématisée sur la figure IX.8, on remarque qu'il existe des déformations de la lentille entre les plots. Ces déformations ont été étudiées dans la section V.1 et pourraient expliquer l'augmentation de la contrainte de cisaillement en contact posé vu qu'elles gênent le glissement entre la lentille et la surface texturée. Il faut donc essayer de modéliser ce phénomène. Dans l'état de l'art, on a vu que Personn (section VI.2.4) a modélisé la friction entre deux objets élastiques par un modèle de « nanoblocs ». La friction est modélisée par une « jonction adhésive » (modélisée par un ressort) entre deux aspérités. Dans le cas de la friction aux interfaces texturées, il

est possible de faire une similitude avec le modèle de Personn en remarquant que les deux aspérités, équivalentes aux plots, sont liées par une jonction, équivalente à la déformation de la lentille. Cette partie de la lentille peut donc être modélisée par un ressort de raideur  $K_l$  comme la jonction adhésive dans le modèle de Personn.

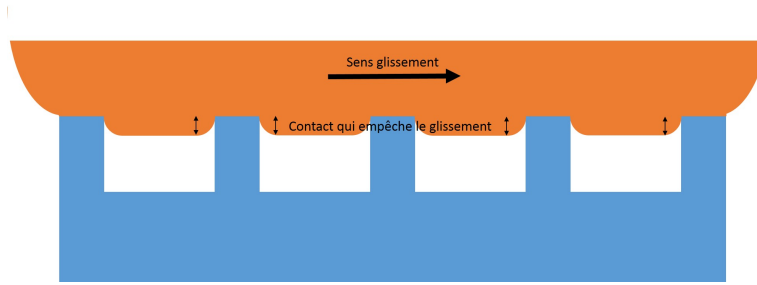


FIGURE IX.8 – Déformation de la lentille entre les plots.

En remplaçant par un ressort de raideur  $K_p$  la partie du plot en contact avec la lentille déformée entre ces derniers, on est donc en présence de deux ressorts en série par unité de surface comme on le voit sur la figure IX.9(a). La raideur effective de ces ressorts est donc :

$$K_r = \left( \frac{1}{K_p} + \frac{1}{K_l} \right) \quad (\text{IX.1})$$

Dans un premier temps, la géométrie de la surface texturée permet de regarder ce système en se concentrant sur un plot unique négligeant ainsi les effets de couplage sur les raideurs effectives de ces ressorts. Pour avoir la force totale liée à la force des ressorts entre les plots, il suffira d'intégrer sur l'ensemble des plots sous le contact. Lors du glissement, ces ressorts vont être déplacés comme on le voit sur la figure IX.9(b).

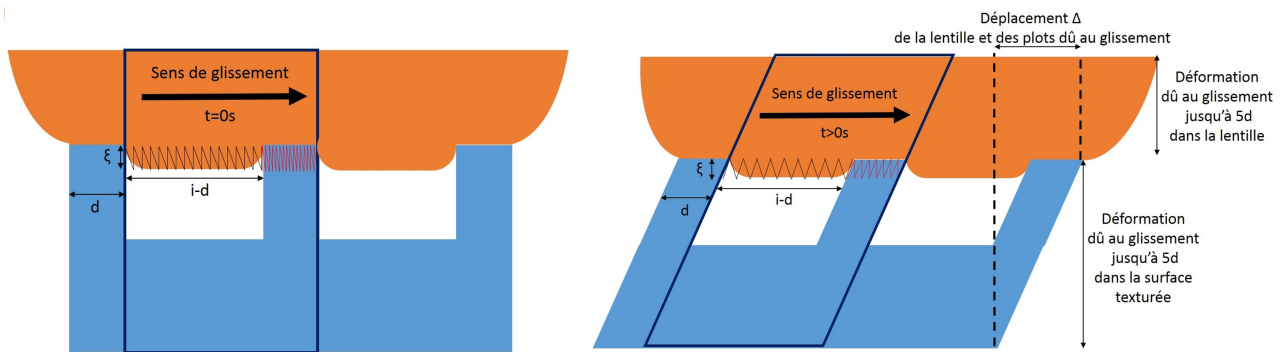


FIGURE IX.9 – Modélisation avec des ressorts des plots et de la lentille liés à la force supplémentaire. À gauche, la modélisation avant le glissement et à droite, la modélisation pendant le glissement.

La force de friction sous tout le contact vaudra ainsi la somme entre la force de friction sur le sommet des plots, que l'on obtient grâce à la contrainte de cisaillement d'un contact lisse  $\tau_l$  multipliée par l'aire réelle de contact  $\phi A_a$ , avec cette force supplémentaire due à la déformation de la lentille entre les plots sous tout le contact :

$$F_t = \tau_l \phi A_a + N K_r \Delta \quad (\text{IX.2})$$

où  $\Delta$  est le déplacement des deux ressorts qui est proportionnel à  $d\tau_l$  (au travers de la loi de Hooke en cisaillement donnée à l'équation (I.2)) et  $N$  est le nombre de plots sous le contact défini par :

$$N = \frac{2}{\sqrt{3}i^2} A_a \quad (\text{IX.3})$$

L'expression de la raideur effective  $K_r$  des deux ressorts en série est plus compliquée à définir puisqu'elle va dépendre de l'enfoncement  $u_z(r)$  de la lentille entre les plots ayant pour valeur maximale

$\xi_l$  (éq. (V.4)). En première approximation, en utilisant la loi de Hooke, on peut noter que la raideur  $K_r$  est proportionnelle à  $d\xi_l$  la section efficace de ce ressort. La force de friction se détermine donc en prenant une contrainte normale  $\sigma$  Hertzienne (éq. (II.3) et (II.10)) en fonction de  $A_a$  :

$$F_t = \tau_l \phi A_a + \alpha_1 \frac{A_a}{i^2} (d\xi_l) (d\tau_l) \quad (\text{IX.4})$$

$$= \tau_l \phi A_a + \alpha_2 \phi A_a \xi_l \tau_l \quad (\text{IX.5})$$

$$= \tau_l \phi A_a (1 + \alpha_3 \xi_l) \quad (\text{IX.6})$$

$$= \tau_l \phi A_a (1 + \alpha_4 \sigma) \quad (\text{IX.7})$$

$$= \tau_l \phi A_a (1 + \alpha_5 a/R) \quad (\text{IX.8})$$

$$F_t = \tau_l \phi A_a \left( 1 + \alpha \sqrt{\frac{A_a}{\pi R^2}} \right) \quad (\text{IX.9})$$

où  $\alpha$  est une fonction qui dépend de la géométrie de la surface texturée, des modules élastiques de la lentille et de la surface texturée. Les détails du calcul de ce paramètre  $\alpha$  sont détaillés dans l'annexe A.3. Ce modèle donne une dépendance non linéaire entre la force de friction et l'aire de contact qui dépend du rayon de courbure de la lentille ce qui est cohérent avec les données expérimentales. De plus, ce modèle pourra aussi expliquer l'augmentation de la contrainte de cisaillement pour les plots durs car elle dépend des déformations de la lentille et de la géométrie de surface.

### IX.1.6 Comparaison avec les données expérimentales

Pour observer plus attentivement si le modèle décrit précédemment prend en compte la non-linéarité des courbes de force de friction en fonction de l'aire de contact observée, on peut tracer  $(F_t - \tau_l \phi A_a) / (\tau_l \phi A_a)$  en fonction de  $\sqrt{A_a / \pi R^2}$  pour l'ensemble des courbes obtenues avec les différents rayons de courbure (voir figure IX.10). Ainsi, si le modèle a la bonne dépendance selon de rayon de courbure de la lentille, la figure devrait montrer uniquement des droites ayant pour coefficient directeur le coefficient  $\alpha$  d'après l'équation (IX.9).

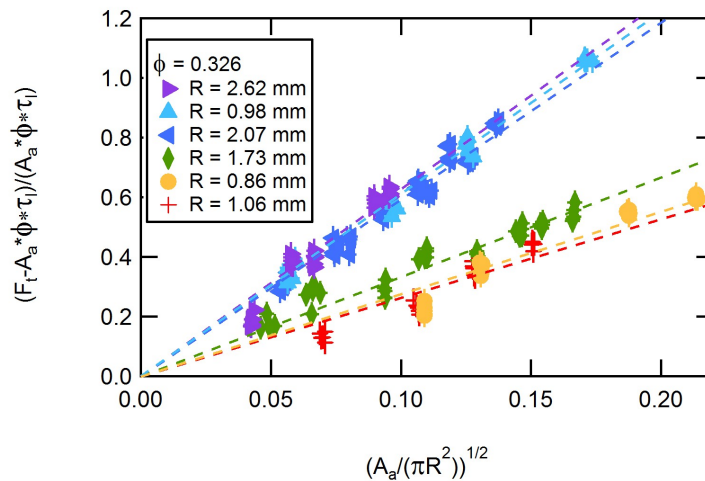


FIGURE IX.10 – Terme  $(F_t - \tau_l \phi A_a) / (\tau_l \phi A_a)$  en fonction de  $\sqrt{A_a / (\pi R^2)}$ . Une droite est obtenue pour un contact entre des surfaces texturées de même géométrie de surface *d6i10* et des lentilles de rayon de courbure différents. La pente n'est pas la même car toutes les lentilles n'ont pas le même module. Les lentilles utilisées sont les  $L_3$ ,  $L_4$ ,  $L_5$ ,  $L_6$ ,  $L_7$  et  $L_8$  du tableau I.1.

On observe plusieurs droites passant toutes par zéro pour un contact entre différentes surfaces texturées de géométrie identique (*d6i10*,  $\phi = 0.326$ ) et différentes lentilles de rayon de courbure variables. L'évolution linéaire des données dans ce mode de représentation confirme bien que la force de friction dépend du rayon de courbure au travers de l'équation (IX.9).

Cependant, on observe que la pente  $\alpha$  n'est pas la même pour toutes les systèmes. Une analyse plus détaillée pour obtenir des précisions sur le paramètre  $\alpha$  permettrait peut être de comprendre les différentes pentes visibles sur la figure IX.10. Dans l'annexe A.3, une approche analytique sur les déformations de la lentille entre les plots est détaillée. L'obtention de détails sur le  $\alpha$  a été développé mais la prise en compte exacte de la déformation  $u_z(r)$  entre les plots s'avère complexe analytiquement. On pourrait probablement obtenir ces informations au travers de simulations par éléments finis en cours de développement au sein de l'équipe AFPO.

## IX.2 La contrainte de cisaillement en contact mixte

Quand on regarde la force de friction en fonction de l'aire réelle de contact sur la figure VIII.8, on remarque que, lors de l'apparition du contact intime, un changement de pente a lieu par rapport au contact posé. Pour un contact mixte uniquement, la pente est la même que pour un contact lisse avec un décalage. Ce décalage semble lié à la contrainte de cisaillement en contact posé car la pente dans le contact mixte démarre quand celle du contact posé fini. Wu-Bavouzet [74] a démontré que la force de friction pouvait être décomposée en une somme de deux termes : la force de friction dans le contact posé  $F_p$  et celle dans le contact intime  $F_i$  ( $F_t = F_p + F_i$ ). Pour comparer la force de friction dans le contact intime avec celle d'un contact lisse, la force de friction du contact intime  $F_i$  peut être représentée par la force de friction mesurée  $F_t$  en enlevant la composante due à la partie d'aire posée  $F_p$  ( $F_i = F_t - F_p$ ) en fonction de l'aire intime  $A_i$ . La composante de la force de friction dans la partie posé du contact s'écrivant  $F_p = \tau_p(A_a - A_i)$ , la force de friction dans le contact intime  $F_i$  s'écrit alors :

$$F_i = [F_t - \tau_p(A_a - a_i)] \quad (\text{IX.10})$$

Si la décomposition de la force dans les deux zones du contact mixte est correcte, on devrait retrouver la même évolution que si l'on traçait la force de friction en fonction de l'aire apparente pour un contact lisse. On peut constater sur la figure IX.11 que la contrainte de cisaillement dans le contact intime est la bien la même que pour un contact lisse. Ces plots trapus n'ont donc pas d'influence sur la contrainte de cisaillement dans la partie intime.

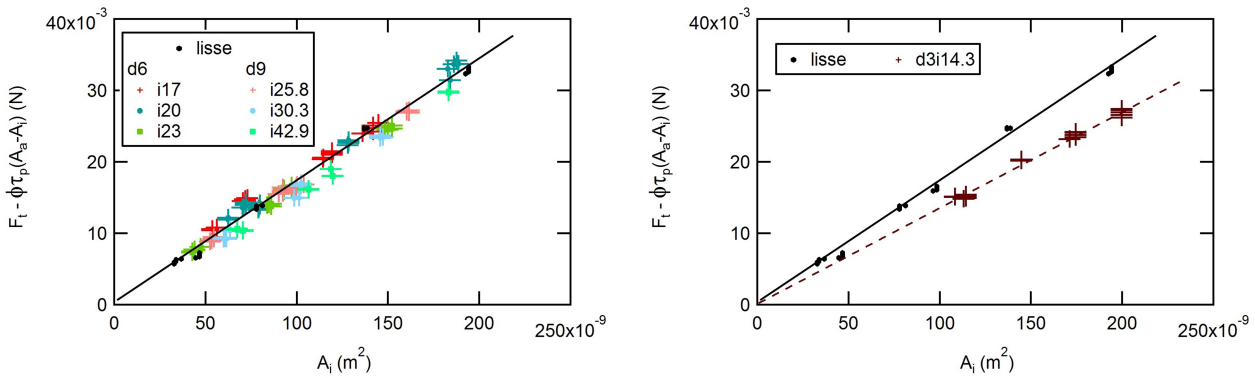


FIGURE IX.11 – Force de friction du contact intime en fonction de l'aire du contact intime pour des plots mous. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

Par contact, si l'on trace la même courbe pour des plots durs IX.12, on remarque que le décalage entre les données obtenues dans le contact intime et dans un contact lisse est toujours existant. Il semble que les plots dans le contact intime entraînent toujours un décalage de la contrainte de cisaillement par rapport à celle d'un contact lisse.

Il faut donc prendre en compte la dureté des plots dans le contact intime pour comprendre comment évolue la force de friction dans ce contact. Les plots dans le contact intime ne pouvant être écrasés, il existe donc une force entre les déformations de la lentille et ces plots comme on l'a vu précédemment à la section IX.1.5. Avec des plots durs, la partie où on prend en compte le ressort lié au plot est négligeable. Par contre, comme on est en contact intime, le contact entre les plots et la lentille se fait

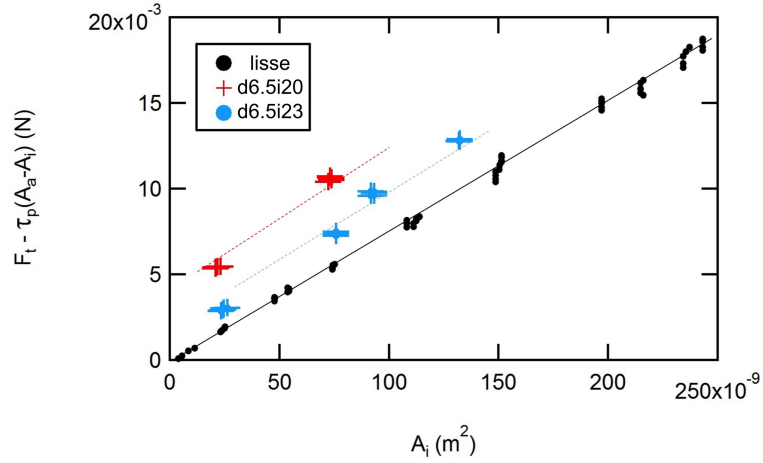


FIGURE IX.12 – Force de friction du contact intime en fonction de l’aire du contact intime pour des plots durs. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.

sur la totalité de la hauteur du plot et donc sur une surface supplémentaire valant  $\pi dh$ . Ainsi, la raideur du ressort  $K_r = K_l$  qui modélise la lentille entre les plots (de longueur  $i - d$ ) vaut  $\pi dh E_l / (i - d)$  avec un déplacement de ce ressort  $\Delta$  inchangé. La force du ressort lié à la déformation de la lentille entre les plots étant la seule force supplémentaire en jeu, le modèle de l’équation (IX.9) se simplifie et vaut :

$$F_i = F_t - \tau_l (A_a - A_i) - \beta \frac{h\phi\tau_l A_i}{i - d} \quad (\text{IX.11})$$

avec  $\beta$  une constante environ égale à 60.

En enlevant cette force dans l’équation (IX.10) pour n’avoir plus que la force de friction du contact intime projeté, on obtient la figure IX.13. On voit sur cette figure qu’on retrouve la contrainte de cisaillement d’un contact lisse.

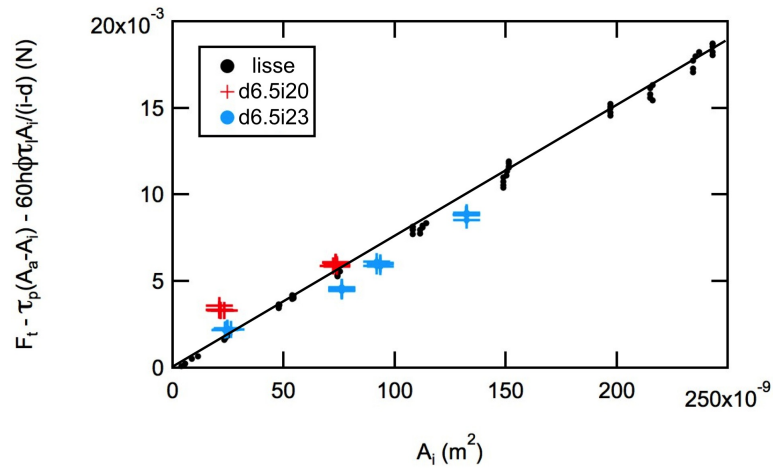


FIGURE IX.13 – Force de friction du contact intime en fonction de l’aire du contact intime pour des plots durs sans l’augmentation due au contact entre les plots durs et la déformation de la lentille. On retrouve la contrainte de cisaillement d’un contact lisse. La lentille utilisée est la  $L_8$  du tableau I.1.



## Conclusion

Dans cette partie, on a vu que, pour un contact posé, la contrainte de cisaillement d'un contact texturé est plus grande que pour un contact lisse quelle que soit la géométrie de surface et le module quand il n'y a pas de flambage des plots. Avec le flambage, la contrainte de cisaillement n'est pas analysable car on ne peut pas mesurer précisément l'aire réelle de contact. La différence entre le module élastique et la géométrie de surface n'est pas visible sur la contrainte de cisaillement. Par contre, on a vu des effets non linéaires arrivés avec la diminution du rayon de courbure qui pourrait contenir les effets de la géométrie. C'est pourquoi il faut trouver un modèle basé sur les déformations de la lentille.

Pour comprendre ce phénomène, il faut prendre en compte le contact entre les plots et la déformation de la lentille. Ce contact est modélisé par deux ressorts en série : un pour le plot et l'autre pour la déformation de la lentille. Ainsi, on obtient une non-linéarité qui dépend de la géométrie de la texturation de surface, du module élastique, du rayon de courbure de la lentille en contact et de la racine de l'aire apparente de contact. Les premiers résultats avec ce modèle semblent indiquer qu'on est sur la bonne voie pour comprendre les données en utilisant un seul paramètre ajustable. Ainsi, il faut passer aux éléments finis pour décrire le paramètre ajustable et pour valider ce modèle. Il faut aussi développer ce modèle avec les plots durs.

Pour finir, pour valider le modèle, il faudrait observer comment évolue la force de friction pour un contact lentille dure/ surface texturée molle. Si le modèle est correct, on ne devrait observer aucune différence entre ce type de contact et un contact lentille dure/ surface lisse élastique. De plus, le modèle étudié dans cette partie se base sur des hypothèses dont une porte sur la pénétration du champ de déformation dans la lentille et le substrat qui ne dépasse pas 10 fois le rayon de contact [2]. Pour valider cette hypothèse, il faudrait pouvoir observer les déformations. C'est pourquoi l'utilisation d'un quadrillage installé à différentes distances des plots permettrait de faire ces observations. Une étude préliminaire avec ce type de surface a été réalisée et est visible dans l'annexe A.4.









## Conclusion générale

L'objectif de ce travail était de comprendre comment une rugosité contrôlée modèle constituée par un réseau hexagonal de plots cylindriques peut influencer l'adhésion et la friction.

Nous avons dans un premier temps rappelé comment étaient réalisés les échantillons. Les plots utilisés étaient fabriqués à partir d'une technique de lithographie électronique sur résine PMMA, au laboratoire. Différents matériaux ont été utilisés : le Sylgard<sup>®</sup> 184 a été utilisé pour disposer de plots dans la gamme de modules élastiques autour du mégapascal alors que l'Araldite<sup>®</sup> 2020 a servi à fabriquer des plots rigides de modules dans la gamme du GPa. La lithographie électronique permet de varier aisément les diamètres et les espacements dans un intervalle allant du micromètre à la dizaine de micromètres et la hauteur des plots choisie était en général de l'ordre de  $2 \mu m$ . Ces surfaces texturées ont été mises en contact avec des sphères élastiques réalisées par réticulation de gouttes de PDMS de tailles inférieures à la longueur capillaire du PDMS liquide.

**L'adhésion entre une sphère élastique de PDMS et une surface texturée a été étudiée** en utilisant un test JKR disponible au laboratoire au début de cette thèse. Lors d'un contact sphère/surface texturée, deux types de contact sont visibles : un contact posé, au sommet des plots, et un contact mixte, composé d'un contact posé qui entoure un contact intime où la lentille touche le substrat des plots. La transition entre ces deux types de contact se fait quand on atteint une certaine force notée force seuil  $F_c$  dont la valeur avait été prédite théoriquement par Degrandi-Contraires *et al.* [44] avant le début de cette thèse. Un premier résultat développé dans ce manuscrit a été de montrer que le critère d'apparition d'une zone de contact intime doit être modifié quand le nombre de plots sous le contact est faible. Nous avons montré que la force seuil sature ainsi à petite fraction de plots vers une valeur qui peut se comprendre à partir d'un modèle d'indenteur unique. Dans un deuxième temps, nous avons étendu le modèle de force seuil dans le régime du grand nombre de plots sous le contact pour comprendre la nucléation d'une zone de contact intime de taille finie dès que la force seuil est atteinte. Pour faire cela, on a utilisé le fait que la force seuil est atteinte quand la hauteur des plots équivaut aux déformations des plots, du substrat et de la lentille entre ces derniers. Le principe du modèle développé est le suivant : quand on dépasse la force seuil, il faut prendre en compte l'énergie d'adhésion entre les plots qui tend à refermer le contact. En écrivant que cette énergie gagnée sert à comprimer un peu plus les plots dans le contact, nous avons développé un modèle quantitatif qui a été confirmé par un grand ensemble de données. Néanmoins, notre modèle n'a pas été validé dans le cas des plots rigides et devrait être amélioré, par exemple en utilisant des éléments finis.

La deuxième partie des résultats a consisté à tenter d'extraire des énergies d'adhésion (à la charge et à la décharge) pour des interfaces texturées en régime de contact posé et mixte. Nous avons mis en évidence plusieurs régimes de dépendance de l'énergie d'adhésion avec la fraction surfacique occupée par les plots dont la compréhension dépasse le cadre de ce travail de thèse, pour des raisons de temps. Finalement, pour étudier les énergies d'adhésion, un modèle a été élaboré en s'appuyant sur celui de C.Tardivat qui décrit les plots dans le contact comme des ressorts en parallèle sollicités normalement. Ce modèle analytique prend en compte les déformations des plots dans un contact et la modification de l'énergie d'adhésion avec le contact réel. Il rend compte correctement des données expérimentales. Une perspective naturelle serait alors de réaliser une analyse par éléments finis pour améliorer la description des courbes force de contact en fonction de l'aire de contact mais le modèle simple proposé rend compte assez fidèlement de ce qui est observé.

Pour finir, tous les modèles utilisés pour expliquer la force seuil, l'évolution du contact après cette

force et l'évolution des énergies d'adhésion se basent sur la déformation de la couche de plots. Pour valider cette hypothèse, il serait intéressant de pouvoir observer ces déformations. Des expériences préliminaires à l'aide du microscope confocal avec des surfaces qui fluorescent grâce aux *Quantum Dots* ont été réalisées A.1.

**La deuxième partie de ce travail de thèse concerne la friction.** Nous nous sommes intéressés à comprendre comment la texturation de surface affectait la force de friction dynamique entre les surfaces texturées et les sphères élastiques. Plusieurs résultats ont été obtenus.

Wu-Bavouzet *et al.* [74] avaient montré qu'on pouvait séparer la friction en la somme de la friction sur du contact posé et sur du contact intime.

La première partie des résultats a concerné l'analyse de l'augmentation de la friction induite par la texturation de surface en se limitant au régime de contact posé. Une première analyse des résultats nous a montré qu'il n'y avait que peu de différence entre la friction sur des surfaces dures et des surfaces molles, tant que les plots ne se déformaient pas par flambage sous le contact. Le deuxième résultat a été de montrer qu'une augmentation de la contrainte de friction semblait apparaître à cause de la texturation mais que cette augmentation dépendait peu de la texturation. Par contre, elle dépend beaucoup du rayon de courbure des sphères en contact avec les textures. Nous avons alors proposé d'interpréter cette augmentation non linéaire de la force de friction avec l'aire réelle de contact en proposant que la déformation entre les plots de la lentille soit prise en compte. Pour être plus précis, le modèle développé fait l'hypothèse que les zones déformées entre les plots se comportent comme des ressorts dont le nombre augmente avec l'aire de contact. Ce modèle rend bien compte de la non-linéarité. Une perspective intéressante serait, pour le confirmer de façon plus systématique, de faire varier la raideur de la lentille. Une autre perspective, pour valider cette hypothèse, serait de placer une grille sous les surfaces pour mieux observer les texturations. Des images préliminaires de ces expériences montrent que l'hypothèse du modèle semble cohérente puisqu'on observe une différence entre les déformations d'un contact lisse et texturé (voir annexe A.4).

Finalement, dans le cas de contacts mixtes, il nous a été possible de séparer la contrainte de friction due à la zone intime de la contrainte de friction due à la couronne posée en s'appuyant sur les hypothèses de Wu-Bavouzet *et al.* [74]. Nous avons mis en évidence nettement que si la contrainte de friction dans la zone de contact intime est la même que sur des surfaces lisses pour des plots mous, il n'en est pas de même pour des plots durs. Ceci montre le caractère très sensible de la friction avec la présence des plots qui ne s'écrasent pas dans le contact intime et donc créent des obstacles lors du glissement. En prenant en compte la présence des plots dans le contact intime, il est possible de mieux comprendre la friction dans ce régime.

**Pour conclure plus généralement.** On a montré dans ce manuscrit qu'il est possible de comprendre les effets d'une texturation de surface contrôlée avec des modèles analytiques simples. Par la suite, il faudrait compléter ces modèles par des simulations prenant en compte la discrétisation du contact avec des éléments finis.

Parmi les questions nombreuses qui restent en suspens, nous pouvons noter les suivantes : il faudrait comprendre pourquoi l'augmentation de l'énergie d'adhésion avec la fraction de surface occupée par les plots est linéaire mais avec un coefficient qui est plus grand que l'énergie d'adhésion sur surface lisse. L'origine est probablement le piégeage de la ligne triple sur les sommets des aspérités. Il faudrait aussi comparer les données expérimentales à un modèle de milieu continu sur surface stratifiée.

En friction, il faudrait pouvoir prédire totalement les formes de courbes obtenues sans paramètre ajustable. Il faudrait aussi s'intéresser au régime de friction statique.

Pour finir, il faudrait valider les hypothèses des modèles qui expliquent les résultats par des expériences en microscopie confocale.

À plus long terme, une perspective naturelle de ce travail est de remplir l'espace entre les plots de liquides newtoniens ou non-newtoniens pour rendre compte du rôle de l'écoulement de l'adhésif entre les plots dans les expériences de mesure d'adhésion avec des PSA réalisées dans le passé.

# Annexes



## Annexe A.1

### Fabrication des *Quantum dots*

Durant cette thèse nous avons cherché à observer la déformation des aspérités dans un contact en utilisant du Sylgard<sup>®</sup> 184 enrichi en nanoparticules fluorescentes, appelées *quantums dots* grâce à un microscope confocal.

La fabrication des *quantums dots* [80] a été faite en collaboration avec Santanu Jana, un post doctorant de l'équipe « Organisation et dynamique de la matière condensée » du laboratoire. Des nanoparticules fluorescentes appelées *quantums dots*<sup>1</sup> (figure A.1.2 à gauche) sont fabriquées pour pouvoir imager, à l'aide du microscope confocal, les déformations des plots cylindriques de la surface texturée sous un contact sphère/plan. Ces particules sont tellement petites qu'elles nous permettent d'avoir des surfaces de même caractéristique que les surfaces sans les *quantums dots* tant que la concentration en *quantums dots* ne dépasse pas un certain seuil.

Le microscope confocal<sup>2</sup> permet de reconstituer des objets en 3D par la détection de la fluorescence. Pour avoir le moins de déformation de l'objet imagé, la fluorescence émise par l'objet doit rester dans le même indice optique de l'objet imagé jusqu'à l'objectif. L'indice optique du PDMS est de 1.4 ce qui fait que l'objectif x25 à l'eau du microscope confocal est le meilleur candidat car l'indice optique de l'eau est proche de celui du PDMS (1.33). De plus, cet objectif permet d'avoir des sections optiques séparées de 350 nm. Ainsi, l'acquisition est optimisée et l'image des surfaces texturées avec des *quantums dots* dans les plots peut être faite dans les meilleures conditions.

#### I.1 Fabrication des *quantums dots*

**Préparation** La fabrication de ces *quantum dots* se fait en mélangeant du Cadmium (Cd, 0.06 g/mol) et du Sélénium (Se, 0.004 g/mol) dans de l'octodécène (5 mL) sous Argon et en augmentant la température jusqu'à 240 °C. La quantité d'acide oléique ajouté et le temps passé à mélanger la solution à cette température donneront la taille de la particule. Pour les deux tailles fabriquées, il faut respectivement 25  $\mu$ L et 50  $\mu$ L d'acide oléique dissous avec 75  $\mu$ L d'octodécène qu'il faut stocker près du chauffage pour éviter un choc thermique lors du mélange avec la solution. Après le mélange, il faut attendre 15 minutes (respectivement 30 minutes) pour diminuer la température. Dès 60 °C, l'argon peut être stoppé et la solution est mise dans deux grands tubes à essai avec 20 mL d'héxane et on les complète avec de l'éthanol (environ 20 mL). Les deux tubes à essai sont mis l'un en face de l'autre dans une centrifugeuse (Thermo scientific CL2 centrifuge) à 6000 rpm pendant 4 minutes pour récupérer les *quantums dots* (amas au fond des tubes à essai) qui seront stockés dans du toluène, dans un récipient

---

1. Les *quantums dots* sont des cristaux semi-conducteurs nanométriques sphériques qui fluorescent avec des longueurs d'onde différentes selon leurs diamètres. La taille du *quantums dot* fixe le *gap* entre la bande de valence (partie isolante qui est riche en électrons) et la bande de conduction (partie conductrice qui est soit vide soit semi-remplie d'électrons). Quand un *quantums dot* est excité, des électrons de la bande de valence se déplacent dans la bande de conduction. En retournant dans leur état stable, les électrons émettent des photons dont la longueur d'onde est liée au *gap* entre la bande de valence et la bande de conduction.

2. Il reconstitue une image en 3D en faisant des images à différents plans de profondeur dits sections optiques. La distance entre ses sections optiques dépend de l'objectif utilisé et de l'ouverture du diaphragme ; dit pinhole ; qui récolte la fluorescence. Plus le pinhole est petit, plus la profondeur de champ est petite et plus la distance entre les sections optiques sera petite.



en verre et gardés dans le frigo. 80% de cette solution est mélangée au PDMS sans réticulant puis mis sous vide à 115 °C pour enlever le toluène. Après quelques heures, le réticulant peut y être mélangé. Une fois les bulles d'air du mélange retirées sous vide, le moulage des surfaces texturées et des lentilles avec du PDMS fluorescent peuvent être faits. Deux tailles de *quantum dots* ont été fabriquées pour différencier les lentilles et les surfaces texturées fabriquées avec ses particules.

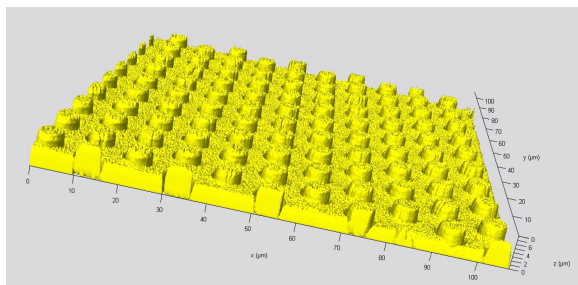


FIGURE A.1.1 – Plots visualisés au microscope confocal.

Le massif où il y a la texturation de surface doit faire maximum 1 mm pour pouvoir visualiser les plots au microscope confocal et minimum 0.8 mm pour éviter les problèmes de taille finie. Ainsi, un massif d'épaisseur 0.8 mm est préparé au préalable. Une fine couche de PDMS avec l'agent réticulant et les *quantum dots* est mise en sandwich entre le massif et le moule. Il faut faire attention de ne pas piéger des bulles d'air dans ce sandwich. Après réticulation et démoulage, la surface texturée fluorescente, visible sur la figure A.1.1, est prête avec une épaisseur de massif inférieur à 1 mm. Pour finir, la fabrication des lentilles fluorescentes se fait de la même façon que pour des lentilles non fluorescentes.

**Caractérisation des *quantum dots*** Deux tailles de *quantum dots* ont été fabriquées, comme illustré sur la figure A.1.2 à gauche. 0.1 mL du toluène avec les *quantum dots* est dilué dans 1 mL de toluène puis mis dans une éprouvette allant dans le spectromètre (JobinYvon Technology ou Horiba Scientific Fluoromax-4-Spectrofluorometer). Le spectre d'absorption des *quantum dots* doit avoir deux pics caractéristiques de la taille choisie avec, en plus, un troisième pic plus important à la longueur d'onde d'émission comme le montre la figure A.1.2. S'il y a plus de pics, cela veut dire qu'il y a plusieurs tailles de *quantum dots*. La concentration des *quantum dots* dans le toluène est connue grâce au spectre d'absorption et à des relations que l'on retrouve dans l'article [81]. Elle est d'environ de 5 µmol/L chacun. La longueur d'excitation optimale est de 385 nm pour que les *quantum dots* fluorescent. Au microscope confocal, la longueur d'onde d'excitation est de 405 nm ce qui permet aussi de les faire fluorescer. Dans le toluène, la longueur d'émission pour le plus petit diamètre des *quantum dots* est de 552 nm et 600 nm pour l'autre diamètre (figure A.1.2, au milieu). Dans le PDMS, cette longueur d'onde est légèrement décalée : 564 nm pour la plus petite taille et 600 nm pour l'autre (figure A.1.2 à droite).

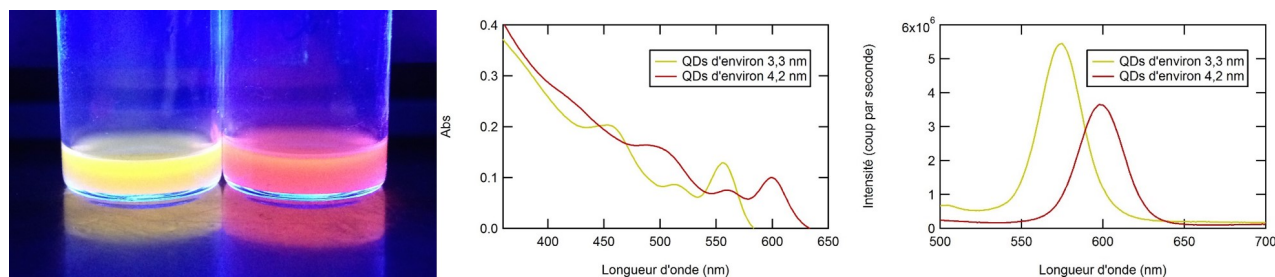


FIGURE A.1.2 – *Quantum dots* fabriqués avec Santanu Jana [80]. À gauche, la fluorescence des *quantum dots* utilisés excités à une longueur d'onde de 385 nm. Au milieu, le spectre d'émission des *quantum dots* utilisés dans le toluène. À droite, le spectre d'émission des *quantum dots* utilisés dans le PDMS réticulé et excité à une longueur d'onde de 405 nm.

## I.2 Étude préliminaire

Lors de la formation d'un contact, il faut imager à travers les échantillons en PDMS en contact (la lentille et un substrat lisse ou texturé). Ces derniers diffusent les faisceaux de lumière ce qui bruite le signal de réception et rendent l'analyse des images obtenues au microscope confocal difficile. Sur la figure A.1.3, on observe un premier contact entre une lentille et une texturation de surface ( $\phi = 0.166$ ).

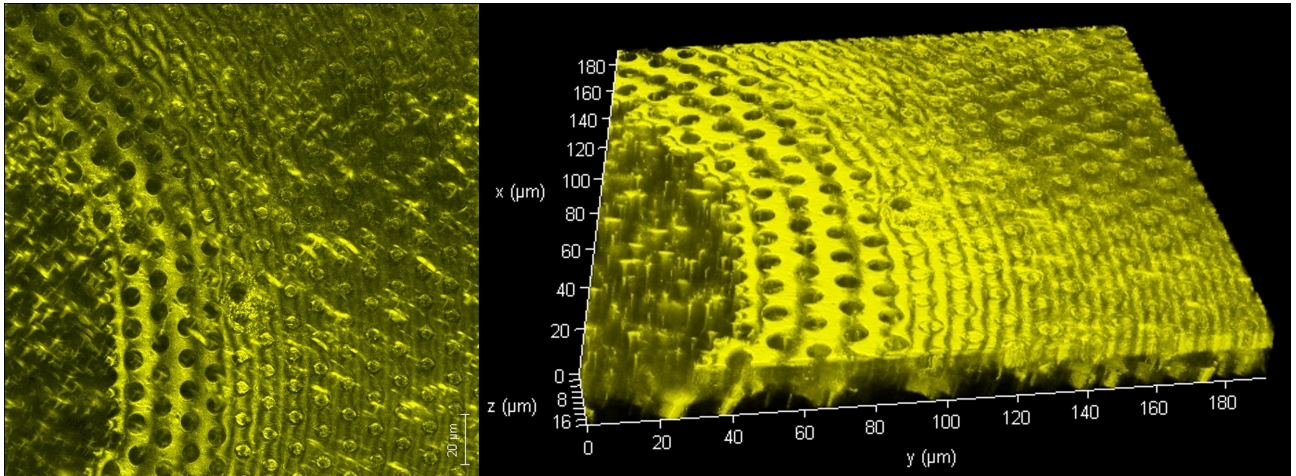


FIGURE A.1.3 – Visualisation d'un contact entre une lentille et une surface texturée ( $\phi = 0.166$ ) au microscope confocal. À gauche, une vue en 2D du dessus du contact et à droite une vue en 3D.

Sur cette figure A.1.3, on remarque que les images ne sont pas homogènes. Elles sont constituées de petites particules fluorescentes qui sont les agrégats de *Quantum Dots*. Ces agrégats peuvent venir d'un mauvais mélange entre le PDMS et les *Quantum Dots* ou d'interférence des faisceaux lumineux du au contact entre la lentille en PDMS et la surface texturée.

Si on observe la photo de gauche sur la figure A.1.3, on observe le contact vu de dessus et il apparaît trois zones. Ces trois zones sont aussi visible sur l'image de droite qui est une vue de profil du contact. La première (la plus à gauche) est une zone sombre avec quelques points lumineux. Après, on remarque des franges d'interférence lumineuse où on remarque la présence des plots en noir. Puis, dans la dernière zone, on observe la présence des plots qui ne sont pas en noir comme dans la zone juste avant.

Ses trois zones permettent de décomposer le contact. Dans la zone sombre, on se situe dans le contact intime car on ne distingue pas les plots vu qu'ils sont écrasés. La fluorescence se situant en majeure partie dans les plots, l'image de cette zone arrive donc noire, c'est-à-dire sombre. Sur la droite du contact intime, on peut observer le contact posé. Dans cette partie du contact, la fluorescence est inversée vu que l'on voit les plots en noir alors que la fluorescence se situe dans ces derniers. Avec la déformation de l'interface, l'émission de la fluorescence s'interfère. C'est pourquoi on observe des interférences. De plus, la couche d'air entre les plots et la lentille diffusent les signaux différemment que dans le PDMS (le changement d'indice optique perturbe la visualisation du contact comme on l'a vu dans la section précédente) ce qui explique également le changement de contraste et aussi entraîne une distorsion des tailles des plots. Ainsi, l'augmentation du diamètre des plots visible sur la figure A.1.3 (à droite notamment) dans le contact posé (d'après les échelles, ces plots n'ont pas un diamètre de  $6 \mu\text{m}$ ) pourrait venir de cet artefact. Pour finir, à la suite du contact posé, on peut observer les plots sans contact où la fluorescence n'est pas inversée. On voit bien une différence de taille des plots entre ceux dans le contact posé et ceux qui ne sont pas dans le contact (là où les plots ne sont pas sombres sur l'image). Il existe toujours de la diffusion de la lumière entre les plots, hors du contact, comme on le voit sur la figure A.1.3.

Les premières images obtenues avec des plots fluorescents montrent qu'il est possible de voir les déformations. Avec un traitement adapté de ce type d'image, on serait en mesure de remonter aux déformations des plots à travers les interférences malgré des pertes de signal dues à l'épaisseur des

échantillons notamment. Il faut donc trouver un moyen de contourner ce problème pour améliorer la qualité des images.

## Annexe A.2

### Calcul de la concentration des contraintes sur le sommet des plots

Pour donner une valeur à la concentration des contraintes sur le sommet des plots, on part de l'égalité des forces à l'interface entre la lentille et les plots :

$$F_t = \sum F_p \quad (\text{A.2.1})$$

avec  $F_t$  la force normale totale et  $F_p$  la force normale sur un plot. En faisant l'hypothèse que le profil du champ des contraintes sur les plots est constant, il vaut la contrainte normale sous un plot  $\sigma_p$  et on a donc :

$$F_p = \sigma_p S_p \quad (\text{A.2.2})$$

avec  $S_p$  la surface au sommet d'un plot. En combinant l'équation (A.2.1) et (A.2.2), on obtient :

$$\sigma S = \sum \sigma_p S_p \quad (\text{A.2.3})$$

avec  $\sigma$  le profil de distribution des contraintes sous le contact sphère/plan et  $S$  la surface de contact. En faisant une deuxième hypothèse qui est que le profil du champ des contraintes est continu dans le contact, on obtient l'équation suivante :

$$\sigma S = \int_N \sigma_p S_p dN \quad (\text{A.2.4})$$

avec  $N$  le nombre de plots sous le contact qui vaut le rapport entre l'aire de contact et l'occupation d'un plot (cellule de Wigner) :

$$N = \frac{\pi a^2}{\sqrt{3}i^2/2} \quad (\text{A.2.5})$$

avec  $a$  le rayon de contact et  $i$  la distance centre à centre entre les plots.

En remplaçant  $N$ ,  $S$ ,  $S_p$  dans l'équation (A.2.4), on obtient :

$$\sigma \pi a^2 = \sigma_p \frac{\pi d^2}{2\sqrt{3}i^2} \pi a^2 \quad (\text{A.2.6})$$

avec  $d$  le diamètre des plots. On reconnaît le paramètre  $\phi$  qui est le *ratio* entre le sommet d'un plot et la surface de la cellule de Wigner ce qui donne la valeur de la contrainte normale sur un plot qui vaut :

$$\sigma_p = \frac{\sigma}{\phi} \quad (\text{A.2.7})$$



## Annexe A.3

### Début de calcul détaillé de la force de friction

La force de friction sous tout le contact vaut, comme on l'a vu, la somme entre la force de friction sur le sommet des plots, que l'on obtient grâce à la contrainte de cisaillement d'un contact lisse multipliée par l'aire réelle de contact, avec cette force supplémentaire due à la déformation de la lentille entre les plots sous tout le contact :

$$F_t = \tau_l \phi A_a + NK\Delta \quad (\text{A.3.1})$$

où  $N = 2A_a/(\sqrt{3}i^2)$  est le nombre de plots sous le contact apparent  $A_a$ ,  $K$  est la raideur effective est celles des ressorts modélisant le plot et la déformation de la lentille et  $\Delta$  est le déplacement des deux ressorts. Pour effectuer ses calculs, on doit émettre des hypothèses qui sont :

- La première hypothèse est que, lors du calcul du déplacement des ressorts  $\Delta$ , la profondeur des déformations dans la lentille et le substrat sont de  $5d$ . L.Landau [2] a décrit les déformations élastiques et il en a déduit qu'elles étaient négligeables à partir d'une profondeur de 10 fois le rayon de contact. Ici, le rayon de contact d'un plot est de  $d/2$  d'où une profondeur des déformations de la lentille et du substrat de  $5d$ .
- Le calcul de la raideur effectif s'effectue avec les dimensions des ressorts. Pour le ressort associé à la lentille, ces dimensions font référence à la déformation de la lentille  $\xi$  vue dans la section V.1. On émet donc une deuxième hypothèse qui suppose, comme pour la modélisation de l'énergie d'adhésion, que les déformations au centre du contact sont les mêmes sous tout le contact.

Le déplacement des ressorts  $\Delta$  est donné par les lois de la mécanique des milieux continus (données dans la section I.1.1) qui vaut :

$$\Delta = 5d\tau_l/G' \quad (\text{A.3.2})$$

avec  $5d$  la distance de pénétration des déformations due à la friction et donnée par L.Landau [2],  $\tau_l$  la contrainte de cisaillement d'un contact lisse et  $G'$  le module de cisaillement qui vaut :

$$G' = (2(1 + \nu)(E_p^{-1} + E_l^{-1}))^{-1} \quad (\text{A.3.3})$$

avec  $\nu$  le coefficient de Poisson qui vaut 0.5 pour le PDMS.

La raideur totale  $K$  du ressort du plot  $K_p$  et de la lentille  $K_l$  en série vaut :

$$K = (K_p^{-1} + K_l^{-1})^{-1} \quad (\text{A.3.4})$$

avec la raideur du plot  $K_p$  et de la lentille  $K_l$  qui se retrouvent avec les dimensions et les modules élastiques de la lentille et des plots. La surface en contact, pour la lentille et pour le plot vaut  $\alpha'\xi d$ . La lentille se déforme entre les plots de  $\xi$  comme on l'a voit dans la section V.1 et cette déformation est donnée par l'équation (V.4). Comme la déformation de la lentille n'est pas constante (elle est sphérique avec un maximum de déformation au milieu de la déformation), le contact entre les plots et la lentille se fait sur une partie de cette déformation d'où le paramètre  $\alpha'$  qu'on n'a pas calculé ici. La longueur du plot vaut  $d$  alors que celui de la lentille vaut  $i - d$ . On a donc :

$$K_p = \frac{\alpha'\xi d E_p}{d} \quad (\text{A.3.5})$$

$$K_l = \frac{\alpha' \xi d E_l}{i - d} \quad (\text{A.3.6})$$

D'où :

$$K = \frac{\alpha' \xi d E_p E_l}{(i - d) E_p + d E_l} \quad (\text{A.3.7})$$

La déformation de la lentille  $\xi$  est donnée dans l'équation (V.4) de la section V.1. Elle est multipliée par le facteur  $f_c$ , dont la valeur est donnée dans l'équation (V.8), qui permet de prendre en compte le couplage entre les plots. En regroupant les constantes dans le paramètre  $\alpha'$ , on obtient que la force de friction vaut :

$$F_t = \tau_l \phi A_a \left[ 1 + \alpha' \frac{f_c d (E_l + E_p)}{\phi (d E_l + (i - d) E_p)} \frac{\sqrt{A_a / \pi}}{R} \right] \quad (\text{A.3.8})$$

Ce modèle donne une dépendance selon la géométrie, le rayon de courbure de la lentille  $R$  et le module élastique des plots  $E_p$  et celui de la lentille  $E_l$ . Le paramètre  $\alpha$  qu'on a vu dans la section IX.1.5 s'écrit alors comme suit :

$$\alpha = \alpha' \frac{f_c d (E_l + E_p)}{\phi (d E_l + (i - d) E_p)} \quad (\text{A.3.9})$$

Ceci permet une augmentation de la friction même si les plots sont durs. Par contre, les déformations  $\xi$  pour un contact avec des plots durs étant en cours de traitement, ce modèle ne peut pas être vérifié pour ce type de contact.

Pour finir, on peut comparer le paramètre  $\alpha$ , qui est la pente de la figure IX.10, avec la valeur théorique qu'on peut calculer. Les modules élastiques des lentilles sont répertoriés dans le tableau I.1. La surface texturée pour le contact avec les lentilles  $L_3$ ,  $L_4$ ,  $L_7$  et  $L_8$  a un module élastique de  $1.68 \pm 0.2$  MPa et le module de la surface texturée en contact avec les autres lentilles est de  $1.98 \pm 0.2$  MPa. Le tableau A.3.1 suivant compare les valeurs de  $\alpha$  expérimentales et théoriques ainsi que les valeurs de  $\alpha'$  pour que les valeurs théoriques et expérimentales soient identiques. Dans ce tableau, on voit que les

Rayon de courbure (mm)	$\alpha_{\text{exp}}$	$\alpha_{\text{theo}}$	$\alpha'$
1.06	2.63	$\alpha'17.52$	0.15
0.86	2.75	$\alpha'17.23$	0.16
1.73	3.33	$\alpha'17.52$	0.19
2.07	5.92	$\alpha'20.28$	0.29
0.98	6.1	$\alpha'20.27$	0.3
2.62	6.27	$\alpha'21.22$	0.3

TABLE A.3.1 – Comparaison des valeurs de  $\alpha$

valeurs de  $\alpha$  sont semblables quand les valeurs de  $\alpha'$  valent 0.3. Ces valeurs sont pour un contact entre une lentille et un substrat qui n'ont pas le même module élastique (l'un vers  $2 \pm 0.2$  MPa et l'autre vers  $1.6 \pm 0.2$  MPa). Ce paramètre  $\alpha'$  vaut 0.15 quand les modules élastiques des objets en contact sont les mêmes. Le module effectif du système peut être un paramètre jouant sur  $\alpha'$  car  $\alpha'$  dépend du contact entre les plots et de la déformation de la lentille entre ces derniers (et donc de leurs modules). Il faudrait maintenant pouvoir écrire précisément  $\alpha'$  pour valider le modèle.

## Annexe A.4

# Réalisation d'un quadrillage métallique plan sous-jacent à l'interface et étude préliminaire

### IV.1 Réalisation d'un quadrillage métallique plan sous-jacent à l'interface

Pour avoir un quadrillage de chrome de largeur  $1.5 \mu\text{m}$ , de pas  $30 \mu\text{m}$  et de hauteur  $30 \text{ nm}$ , il faut passer par la lithographie électronique pour avoir le masque du quadrillage, c'est-à-dire le moule du quadrillage, puis par un évaporateur pour déposer une couche de chrome homogène et fine. Pour finir, le masque doit être enlevé pour n'avoir que le quadrillage de chrome restant (figure A.4.1).

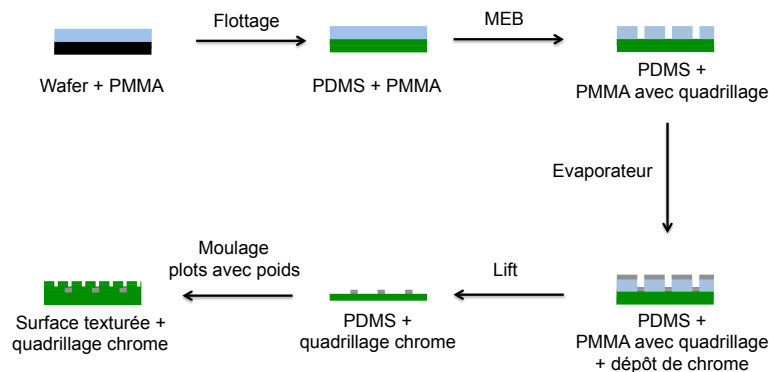


FIGURE A.4.1 – Schéma de la fabrication du quadrillage sous les plots.

Le masque du quadrillage se fait, comme dans le début de la fabrication des plots, sur une couche de PMMA. Le quadrillage doit être mis juste en dessous des plots ce qui veut dire que la solution de PMMA doit être étalée sur un massif de l'élastomère pour éviter les effets de taille finie. La solution de PMMA ne s'étalant pas sur le massif, la méthode du flottage va permettre de poser une couche de PMMA sur le massif.



Le flottage, dont l'expérience est visible sur la figure A.4.2, permet de récupérer un film de PMMA déposé sur un *wafer* et de l'installer sur un massif de PDMS réticulé. Pour cela, il faut deux supports « boys » portant deux cristallisoirs remplis à moitié d'eau distillée. Les deux cristallisoirs sont reliés avec un tuyau. Quand le niveau d'eau entre les deux cristallisoirs est différent, les différences de pression à la surface de l'eau, régie par la loi de Turin, permettent de vider un cristallisoir dans l'autre.

Le *wafer* est soumis au plasma d'oxygène pendant une minute pour activer sa surface afin qu'elle ait plus d'affinité avec l'eau. Une couche de résine de PMMA diluée à 6 % dans l'anisole y est *spincoatée* à 2000 rpm sans cuisson ultérieure pour avoir une hauteur de 900 nm. Le tout est mis dans un des cristallisoirs, au-dessus du niveau de l'eau, et, par différence de pression, le niveau d'eau va monter. Quand l'eau arrive au niveau de l'interface *wafer*/PMMA, elle va séparer le PMMA du *wafer* car ce dernier est très hydrophile suite à l'activation avec le plasma alors que le PMMA est hydrophobe. Une fois le film de PMMA à la surface de l'eau, le massif est déposé dans l'eau et le niveau d'eau va y être diminué pour que le film de PMMA s'installe sur le massif (première étape de la figure A.4.1). Le massif avec le film est posé à la verticale et sous vide pendant plusieurs heures pour enlever l'eau et les bulles d'air qui peuvent être coincées dans l'interface massif/film.

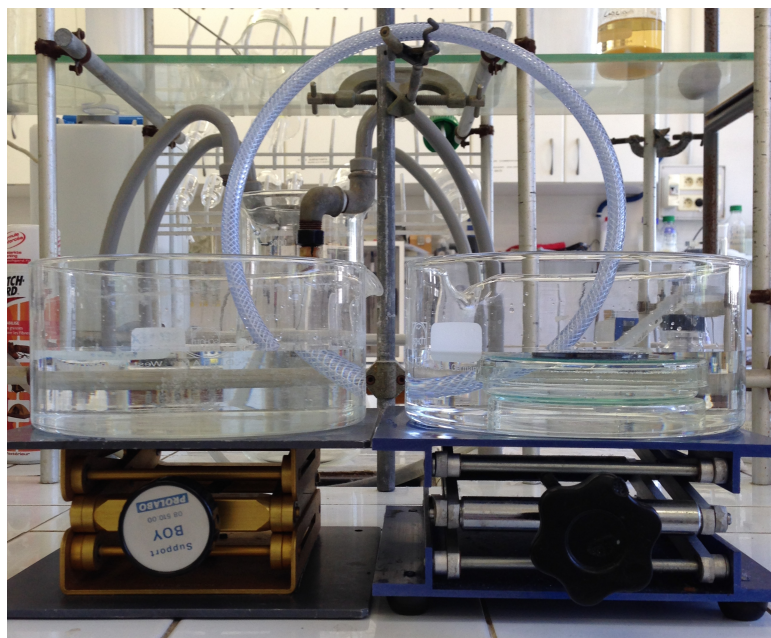


FIGURE A.4.2 – Montage du flottage.

Après, un évacuateur de charge déposé sur toute la surface de l'échantillon (Showa Denko Espacer 300Z-Electrification Dissipating Material) va être *spincoaté* (1500 rpm pendant 1 minute pour une épaisseur de 20 nm [82]) pour pouvoir faire le quadrillage au microscope électronique à balayage (deuxième étape de la figure A.4.1). Comme le PDMS est isolant, les électrons bombardés sur la surface ne vont pas pouvoir s'évacuer d'où le dépôt de l'évacuateur pour permettre l'évacuation des électrons qui arrivent sur la surface. Ce dernier est enlevé avec de l'eau distillée pendant 10 secondes et le PMMA dissocié est aussi enlevé pour avoir le masque du quadrillage sur le massif (image 3 de la figure A.4.1).

Un évaporateur (PLASSYS intellemetrics IL820) dépose du Chrome, en le chauffant, sur l'échantillon de manière homogène pour avoir 30 nm d'épaisseur de chrome (troisième étape de la figure A.4.1). Le masque du quadrillage en PMMA est ensuite enlevé avec de l'acétone (quatrième étape de la figure A.4.1). Un jet saccadé et fort d'acétone fait avec une pissette va permettre d'enlever grossièrement le PMMA. Le reste sera enlevé en trempant l'échantillon dans de l'acétone portée à 55 °C pendant deux heures. Cette étape s'appelle le « lift off ». L'épaisseur du PMMA (900 nm) est beaucoup plus grande que celle du chrome (30 nm) pour empêcher le chrome déposé sur celle-ci d'être lié au chrome déposé sur le massif, c'est-à-dire dans le quadrillage. Ainsi, quand le PMMA sera enlevé par l'acétone,

il enlèvera également le chrome déposé sur lui mais n'enlèvera pas le chrome sur le massif.

Le quadrillage de chrome sur le massif est prêt (image 5 de la figure A.4.1), le PDMS non réticulé peut être moulé en étant en sandwich avec le massif où il y a le quadrillage (dernière étape de la figure A.4.1). Différents poids sont posés sur l'ensemble pour avoir différentes distances entre le quadrillage et les plots. Le quadrillage se trouve au plus proche à  $4\ \mu\text{m}$  du bas des plots (avec un poids d'environ 250 g). Ceci est la distance la plus proche réalisable pour ne pas changer les propriétés mécaniques de l'élastomère. Sans poids, le quadrillage se trouve à  $40\ \mu\text{m}$  du bas des plots. Deux autres distances ont été faites entre ces deux valeurs : une à  $16\ \mu\text{m}$  (avec un poids d'environ 180 g) et l'autre à  $30\ \mu\text{m}$  (avec un poids d'environ 100 g).

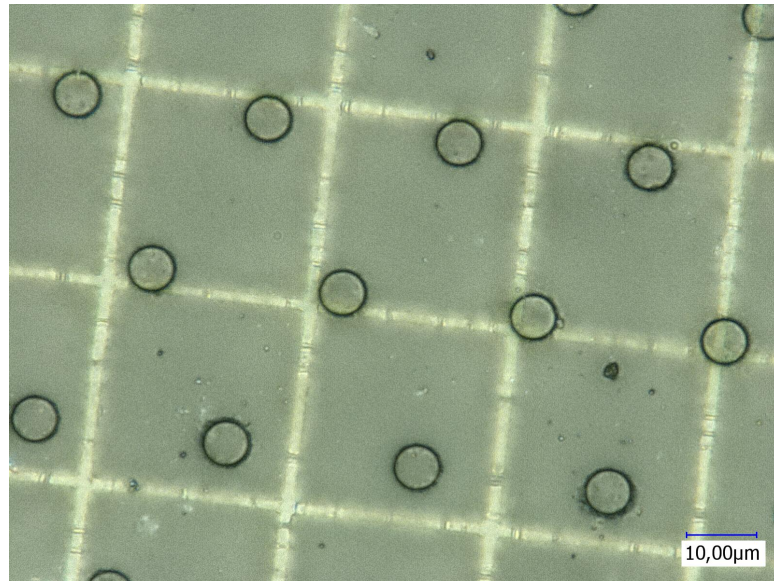


FIGURE A.4.3 – Plots avec le quadrillage vus au microscope numérique Kayence.

## IV.2 Étude préliminaire

Les premières images obtenues avec un quadrillage sous les plots, comme on le voit sur la figure A.4.4, montrent que la déformation sous les plots est moins importante que sous un contact lisse quand le quadrillage est placé à  $4\ \mu\text{m}$  en dessous des plots et de la surface lisse. Ceci permet de confirmer qu'il y a bien une différence de pénétration du champ des contraintes qui dépend du contact à l'interface. Par la suite, il faudra valider que la pénétration des déformations dans le substrat et la lentille sont bien de 5 fois le diamètre des plots.

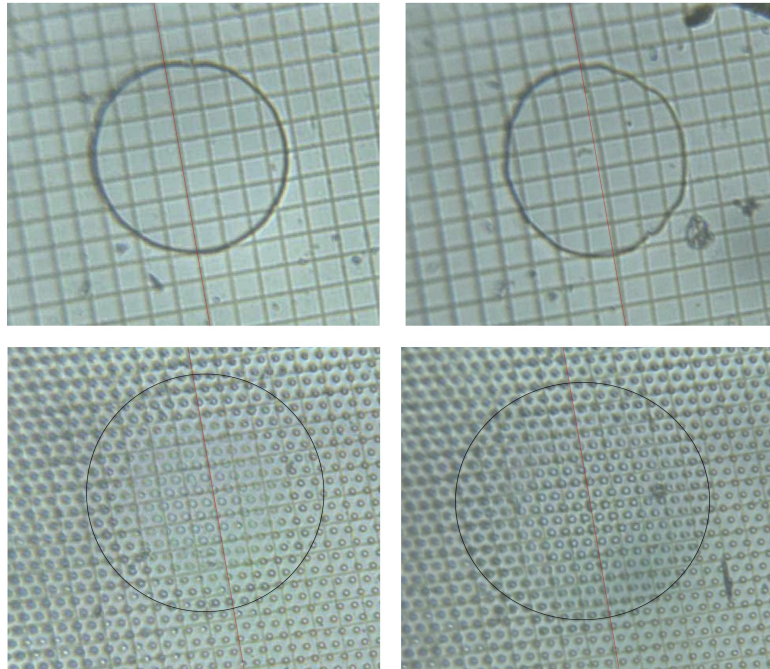


FIGURE A.4.4 – Quadrillage à  $4 \mu\text{m}$  des plots et de la surface lisse. À droite, sans glissement, le quadrillage ne se déforme pas. À gauche, avec glissement et pour une aire de contact pratiquement identique, le quadrillage se déforme plus pour un contact lisse que pour un contact texturé avec  $\phi = 0.166$ .

## Bibliographie

- [1] Kellar Autumn, Yiching A Liang, S Tonia Hsieh, Wolfgang Zesch, Wai Pang Chan, Thomas W Kenny, Ronald Fearing, and Robert J Full. Adhesive force of a single gecko foot-hair. *Nature*, 405(6787) :681–685, 2000.
- [2] Lev LANDAU and Evgueni Lifchitz. Théorie de l' élasticité. 1990.
- [3] C. Cohen. *Mécanismes moléculaires de la friction aux interfaces polymères souples*. PhD thesis, Paris Sud, 2011.
- [4] Michael Rubinstein and Ralph H Colby. *Polymer physics*. OUP Oxford, 2003.
- [5] Jacob N Israelachvili. *Intermolecular and surface forces : revised third edition*. Academic press, 2011.
- [6] HR Brown. A molecular interpretation of the toughness of glassy polymers. *Macromolecules*, 24(10) :2752–2756, 1991.
- [7] P. G. de Gennes. Scaling concepts in polymer physics. In *Cornell University Press*. Ithaca, 1979.
- [8] Alan A Griffith. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical transactions of the royal society of london. Series A, containing papers of a mathematical or physical character*, pages 163–198, 1921.
- [9] Christian Marzolin. *Structure et pénétrabilité de couches de polymère ancrées sur une surface*. PhD thesis, 1995.
- [10] M. Deruelle. *Les polymères aux interfaces, application à l'adhésion solide d'élastomère*. PhD thesis, Paris VI, 1995.
- [11] N. Amouroux. *Etude des mécanismes de modulation de l'adhérence entre un élastomère silicone et un adhésif acrylique*. PhD thesis, Paris VI, 1998.
- [12] Christophe Poulard. *Dynamiques de gouttelettes mouillantes*. PhD thesis, Université PARIS VI, 2005.
- [13] A. Beaumont. Influence d'un rugosité de surface sur les propriétés de l'ahdésion et de la friction. Master's thesis, Paris Sud, 2011.
- [14] Heinrich Hertz. Über die berührung fester elastischer körper. 1882.
- [15] Joseph Boussinesq. *Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques : principalement au calcul des déformations et des pressions que produisent, dans ces solides, des efforts quelconques exercés sur une petite partie de leur surface ou de leur intérieur : mémoire suivi de notes étendues sur divers points de physique, mathématique et d'analyse*, volume 4. Gauthier-Villars, 1885.
- [16] Emmanuelle Martinot. *Indentation de films élastiques complexes par des sondes souples*. PhD thesis, Université Paris Sud-Paris XI, 2012.
- [17] K Kendall. The adhesion and surface energy of elastic solids. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 4(8) :1186, 1971.
- [18] Kenneth Langstreth Johnson and Kenneth Langstreth Johnson. *Contact mechanics*. Cambridge university press, 1987.

- [19] KL Johnson, K Kendall, and AD Roberts. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proceedings of the royal society of London. A. mathematical and physical sciences*, 324(1558) :301–313, 1971.
- [20] BV Derjaguin, VM Muller, and Yu P Toporov. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *Journal of Colloid and interface science*, 53(2) :314–326, 1975.
- [21] KNG Fuller and DFRS Tabor. The effect of surface roughness on the adhesion of elastic solids. In *Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, volume 345, pages 327–342. The Royal Society, 1975.
- [22] Daniel Maugis. Adhesion of spheres : the jkr-dmt transition using a dugdale model. *Journal of Colloid and Interface Science*, 150(1) :243–269, 1992.
- [23] F Restagno, J Crassous, C Cottin-Bizonne, and E Charlaix. Adhesion between weakly rough beads. *Physical Review E*, 65(4) :042301, 2002.
- [24] Lars Pastewka and Mark O Robbins. Contact between rough surfaces and a criterion for macroscopic adhesion. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 111(9) :3298–3303, 2014.
- [25] BNJ Person and E Tosatti. The effect of surface roughness on the adhesion of elastic solids. *Journal of Chemical Physics*, 115 :5597–5610, 2001.
- [26] BNJ Persson. Adhesion between elastic bodies with randomly rough surfaces. *Physical review letters*, 89(24) :245502, 2002.
- [27] Eduard Arzt, Stanislav Gorb, and Ralph Spolenak. From micro to nano contacts in biological attachment devices. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 100(19) :10603–10606, 2003.
- [28] Kellar Autumn, Metin Sitti, Yiching A Liang, Anne M Peattie, Wendy R Hansen, Simon Sponberg, Thomas W Kenny, Ronald Fearing, Jacob N Israelachvili, and Robert J Full. Evidence for van der waals adhesion in gecko setae. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 99(19) :12252–12256, 2002.
- [29] Michael P Murphy, Burak Aksak, and Metin Sitti. Gecko-inspired directional and controllable adhesion. *Small*, 5(2) :170–175, 2009.
- [30] Jun Young Chung and Manoj K Chaudhury. Roles of discontinuities in bio-inspired adhesive pads. *Journal of The Royal Society Interface*, 2(2) :55–61, 2005.
- [31] Christian Greiner, Aránzazu del Campo, and Eduard Arzt. Adhesion of bioinspired micropatterned surfaces : effects of pillar radius, aspect ratio, and preload. *Langmuir*, 23(7) :3495–3502, 2007.
- [32] Alfred J Crosby, Mark Hageman, and Andrew Duncan. Controlling polymer adhesion with “pancakes”. *Langmuir*, 21(25) :11738–11743, 2005.
- [33] Anand Jagota and Stephen J Bennison. Mechanics of adhesion through a fibrillar microstructure. *Integrative and Comparative Biology*, 42(6) :1140–1145, 2002.
- [34] Michael D Bartlett, Andrew B Croll, and Alfred J Crosby. Designing bio-inspired adhesives for shear loading : From simple structures to complex patterns. *Advanced Functional Materials*, 22(23) :4985–4992, 2012.
- [35] CY Hui, YY Lin, JM Baney, and EJ Kramer. The mechanics of contact and adhesion of periodically rough surfaces. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 39(11) :1195–1214, 2001.
- [36] M Varenberg, A Peressadko, S Gorb, and E Arzt. Effect of real contact geometry on adhesion. *Applied physics letters*, 89(12) :121905, 2006.
- [37] Emilie Verneuil. *Écoulements et adhésion : rôle des microstructurations*. PhD thesis, Paris 6, 2005.
- [38] Saurabh Das, Sathya Chary, Jing Yu, John Tamelier, Kimberly L Turner, and Jacob N Israelachvili. Jkr theory for the stick–slip peeling and adhesion hysteresis of gecko mimetic patterned surfaces with a smooth glass surface. *Langmuir*, 29(48) :15006–15012, 2013.

- [39] Chris S Hodges, Lisa Looi, Jamie AS Cleaver, and Mojtaba Ghadiri. Use of the jkr model for calculating adhesion between rough surfaces. *Langmuir*, 20(22) :9571–9576, 2004.
- [40] Emilie Verneuil, Benoît Ladoux, Axel Buguin, and Pascal Silberzan. Adhesion on microstructured surfaces. *The Journal of Adhesion*, 83(5) :449–472, 2007.
- [41] M Lamblet, E Verneuil, T Vilmin, A Buguin, P Silberzan, and L Leger. Adhesion enhancement through micropatterning at polydimethylsiloxane-acrylic adhesive interfaces. *Langmuir*, 23(13) :6966–6974, 2007.
- [42] Marie Cécile Christine Lamblet. *Modulation d’adhésion aux interfaces polydiméthylsiloxane-adhésif acrylique*. PhD thesis, Paris 6, 2005.
- [43] Christophe Poulard, Frédéric Restagno, Raphaël Weil, and Liliane Léger. Mechanical tuning of adhesion through micro-patterning of elastic surfaces. *Soft Matter*, 7(6) :2543–2551, 2011.
- [44] Élise Degrandi-Contraires, Audrey Beaumont, Frédéric Restagno, Raphaël Weil, Christophe Poulard, and Liliane Léger. Cassie-wenzel-like transition in patterned soft elastomer adhesive contacts. *EPL (Europhysics Letters)*, 101(1) :14001, 2013.
- [45] Julia Nase. *Décollement de matériaux viscoélastiques : du liquide visqueux au solide élastique mou*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2009.
- [46] C. Tardivat. *Etude des mécanismes d’adhésion entre un élastomère et du verre. Renforcement de l’interface par une couche d’adhésif, ou par des chaînes connectrices*. PhD thesis, Paris Sud, novembre 1998.
- [47] Etienne Barthel and Antoine Perriot. Adhesive contact to a coated elastic substrate. *Journal of Physics D : applied physics*, 40(4) :1059, 2007.
- [48] I Sridhar, ZW Zheng, and KL Johnson. A detailed analysis of adhesion mechanics between a compliant elastic coating and a spherical probe. *Journal of Physics D : applied physics*, 37(20) :2886, 2004.
- [49] Kenneth R Shull, Dongchan Ahn, and Cynthia L Mowery. Finite-size corrections to the jkr technique for measuring adhesion : soft spherical caps adhering to flat, rigid surfaces. *Langmuir*, 13(6) :1799–1804, 1997.
- [50] Etienne Barthel. Adhesive contact of a compliant sphere to an elastic coated substrate : the thin film limit. *The Journal of Adhesion*, 83(8) :729–739, 2007.
- [51] D. Dowson. *History of Tribology*. Longman, 1979.
- [52] C.Coulomb. *Théorie des machines simples*. Académie royale des sciences, 1781.
- [53] F.P. Bowden and D. Tabor. *The Friction and Lubrication of Solids*. Number vol. 1 in Oxford Classic Texts in the Physical Sciences Series. Clarendon Press, 2001.
- [54] KC Ludema and D Tabor. The friction and visco-elastic properties of polymeric solids. *Wear*, 9(5) :329–348, 1966.
- [55] J.A Greenwood and J.B.P Williamson. Contact of nominally flat surfaces. *Proceedings of The Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 295, 1966.
- [56] B. N. J. Personn. Sliding friction. *Nanoscience and Technology*, 1998.
- [57] T Baumberger, P Berthoud, and C Caroli. Physical analysis of the state-and rate-dependent friction law. ii. dynamic friction. *Physical review B*, 60(6) :3928, 1999.
- [58] Olivier Ronsin and Karine Labastie Coeyrehourcq. State, rate and temperature-dependent sliding friction of elastomers. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 457(2010) :1277–1294, 2001.
- [59] Jacob N Israelachvili. *Intermolecular and surface forces : revised third edition*. Academic press, 2011.
- [60] Greg Haugstad. *Atomic force microscopy : understanding basic modes and advanced applications*. John Wiley & Sons, 2012.

- [61] J Israelachvili, YOU LUNG CHEN, H Yoshizawa, S Steinberg, G Vigil, and XU ZHENGE. The relationship between adhesion and friction. *Le Vide, les couches minces*, 50(274) :409–414, 1994.
- [62] Alan Berman, Carlos Drummond, and Jacob Israelachvili. Amontons' law at the molecular level. *Tribology letters*, 4(2) :95–101, 1998.
- [63] Nobuo Maeda, Nianhuan Chen, Matthew Tirrell, and Jacob N Israelachvili. Adhesion and friction mechanisms of polymer-on-polymer surfaces. *Science*, 297(5580) :379–382, 2002.
- [64] Patricia M McGuiggan, Jun Zhang, and Stephen M Hsu. Comparison of friction measurements using the atomic force microscope and the surface forces apparatus : the issue of scale. *Tribology Letters*, 10(4) :217–223, 2001.
- [65] Changgu Lee, Qunyang Li, William Kalb, Xin-Zhou Liu, Helmuth Berger, Robert W Carpick, and James Hone. Frictional characteristics of atomically thin sheets. *Science*, 328(5974) :76–80, 2010.
- [66] Ying Bai, Anand Jagota, and Chung-Yuen Hui. Frictional auto-roughening of a surface with spatially varying stiffness. *Soft matter*, 10(13) :2169–2177, 2014.
- [67] DT Nguyen, S Ramakrishna, C Fretigny, ND Spencer, Y Le Chenadec, and A Chateauinois. Friction of rubber with surfaces patterned with rigid spherical asperities. *Tribology Letters*, 49(1) :135–144, 2013.
- [68] Danh Toan Nguyen, Pierdomenico Paolino, MC Audry, Antoine Chateauinois, Christian Fretigny, Yohan Le Chenadec, M Portigliatti, and Etienne Barthel. Surface pressure and shear stress fields within a frictional contact on rubber. *The Journal of Adhesion*, 87(3) :235–250, 2011.
- [69] Céline Cohen, Frédéric Restagno, Christophe Poulard, and Liliane Léger. Incidence of the molecular organization on friction at soft polymer interfaces. *Soft Matter*, 7(18) :8535–8541, 2011.
- [70] Katherine Vorvolakos and Manoj K Chaudhury. The effects of molecular weight and temperature on the kinetic friction of silicone rubbers. *Langmuir*, 19(17) :6778–6787, 2003.
- [71] Bharat Bhushan and Robert A Sayer. Surface characterization and friction of a bio-inspired reversible adhesive tape. *Microsystem Technologies*, 13(1) :71–78, 2007.
- [72] Boris Murarash, Yan Itovich, and Michael Varenberg. Tuning elastomer friction by hexagonal surface patterning. *Soft Matter*, 7(12) :5553–5557, 2011.
- [73] Zachary Burton and Bharat Bhushan. Hydrophobicity, adhesion, and friction properties of nanopatterned polymers and scale dependence for micro-and nanoelectromechanical systems. *Nano Letters*, 5(8) :1607–1613, 2005.
- [74] Fanny Wu-Bavouzet, Juliette Cayer-Barrioz, Alain Le Bot, Françoise Brochard-Wyart, and Axel Buguin. Effect of surface pattern on the adhesive friction of elastomers. *Phys. Rev. E*, 82 :031806, Sep 2010.
- [75] Jacob Israelachvili, Nobuo Maeda, Kenneth J Rosenberg, and Mustafa Akbulut. Effects of sub-ångstrom (pico-scale) structure of surfaces on adhesion, friction, and bulk mechanical properties. *Journal of materials research*, 20(08) :1952–1972, 2005.
- [76] J Israelachvili, S Giasson, T Kuhl, C Drummond, A Berman, G Luengo, J-M Pan, M Heuberger, W Ducker, and N Alcantar. Some fundamental differences in the adhesion and friction of rough versus smooth surfaces. *Tribology Series*, 38 :3–12, 2000.
- [77] L. Bureau. *Elasticité et rhéologie d'une interface macroscopique*. PhD thesis, Paris VII, 2002.
- [78] A Schallamach. How does rubber slide? *Wear*, 17(4) :301–312, 1971.
- [79] Elise Degrandi-Contraires, Christophe Poulard, Frédéric Restagno, and Liliane Leger. Sliding friction at soft micro-patterned elastomer contacts. *Faraday Discuss.*, 2012.
- [80] J. Santanu. *Synthesis, photo-physical studies and applications of different doped and undoped semiconductor nanocrystals*. PhD thesis, University of Calcutta, 2012.
- [81] W William Yu, Lianhua Qu, Wenzhuo Guo, and Xiaogang Peng. Experimental determination of the extinction coefficient of cdte, cdse, and cds nanocrystals. *Chemistry of Materials*, 15(14) :2854–2860, 2003.
- [82] Showa Denko K K Electronics Sector. Espacer, 2008.

## RÉSUMÉ

### Influence d'une texturation déformable sur l'adhésion et sur la friction

Spécialité : Physique

Lorsque deux objets sont mis en contact, on réalise une expérience d'adhésion si on les sépare et une expérience de friction si on les fait glisser l'un sur l'autre. Lors de ces expériences, on mesure les forces d'adhésion et de friction contrôlées par un paramètre fondamental qui est l'aire réelle de contact. Cette aire réelle dépend fortement de la rugosité des surfaces. Afin de mieux comprendre le rôle de la rugosité, des expériences d'adhésion et de friction ont été réalisées entre des sphères d'élastomère en PDMS et des surfaces texturées (dures ou molles) constituées d'une rugosité modélisée par un réseau hexagonal de plots cylindriques de hauteurs, diamètres et espacements micrométriques.

Dans les expériences d'adhésion, un dispositif de type JKR (pour Johnson, Kendall et Roberts) a été utilisé permettant d'observer le contact entre une sphère élastique et un plan texturé tout en contrôlant la force entre les surfaces. À faible force d'appui, la sphère reste au sommet des plots et le contact est dit « posé ». Lorsque la force entre les surfaces augmente, un contact total, où les plots sont écrasés (« contact intime »), apparaît au centre du contact, entourée d'une couronne de contact « posé ». Un modèle d'évolution du contact intime a été réalisé en prenant en compte l'adhésion entre les plots et les caractéristiques mécaniques des surfaces. De plus, en utilisant une analyse similaire à l'analyse classique de type JKR, il a été possible de mesurer les énergies d'adhésion effectives entre les surfaces. L'étude de l'évolution de ces énergies d'adhésion en fonction de la densité surfacique de plots sous le contact sphère-plan s'est révélée complexe. Finalement, des mesures de la force d'arrachement ont été réalisées, confirmant le rôle très important de la nature du contact sur l'évolution des énergies d'adhésion effective.

Pour les expériences de friction, un tribomètre développé au laboratoire a été utilisé pour mesurer la force de friction dynamique. Durant ces expériences, les deux types de contact précédemment cités ont également été observés. Dans le cas où le contact reste « posé », il est naturel d'introduire une contrainte de friction égale à la force de friction divisée par l'aire réelle de contact. Il a été montré que cette contrainte de friction augmente sur des surfaces texturées (par rapport au cas lisse) et que cette augmentation dépend de façon complexe de la géométrie des plots utilisés. De plus, il a été montré que pour des petits rayons de courbure des sphères frottantes, la contrainte de friction n'est plus indépendante de l'aire réelle de contact. Finalement, nous avons montré que la contrainte de friction dans la zone de contact intime est la même que pour des surfaces lisses.

Ce travail ouvre la voie à des développements théoriques et numériques nouveaux sur l'analyse du champ de contraintes et de déformations pour des contacts texturés modèles.

**Mots-clés** : Adhésion, déformation, élasticité, élastomère, friction, mécanique du contact, test JKR, texturation de surface.



## ABSTRACT

### Influence of the texturation of surface on the adhesion and the friction properties

Specialty : Physics

When two objects are in contact, an adhesion experiment is carried out if they are separated and a friction experience if one object slides on the other. A fundamental parameter which controls the adhesion and friction forces is the real area of contact between the surfaces which is largely determined by the surface roughness. To better understand the role of roughness, adhesion and friction experiments were performed with spheres of PDMS elastomer and textured surfaces (hard or soft). The latter's roughness is modeled by an hexagonal network of cylindrical pillars with micrometrical dimensions and spacing.

In adhesion experiments, a JKR type of set up (for Johnson, Kendall and Roberts) was used to observe the contact between an elastic sphere and a textured plane while controlling the force between the surfaces. At low normal force, the sphere remains at the top of the pillars and the contact is called "top". When the force between the surfaces increases, a full area of contact, where pillars are collapsed ("intimate contact"), appears in the center contact, surrounded by a crown of "top" contact. A model of evolution of this intimate contact which takes into account the adhesion between the pillars and the mechanical properties of surfaces has been achieved. Furthermore, it was possible to measure effective energies of adhesion between the surfaces using a similar analysis to the classical JKR analysis. Studying the evolution of these adhesion energies as a function of the pillars' surface density below the sphere-plan contact proved to be a challenging task. At last, measurements of the pull off force were realised, corroborating the important role of the nature of contact on the evolution of effective energies of adhesion.

For friction experiments, a tribometer developed in the laboratory was used to measure the dynamic frictional force. During these experiments, the two kinds of contact previously quoted were observed. When the contact remains "top", it is natural to introduce a friction stress equal to the friction force divided by the real area of contact. It has been shown that friction stress increases on textured surfaces (relative to the smooth case) and that this increase depends in a complex manner on the geometry of the pillars. Moreover, it has been shown that for small curvature radii of the friction spheres, the friction stress is no longer independent of the real area of contact. Finally, we have shown that the friction stress in the zone of intimate contact is the same as on smooth surfaces. The experimental results obtained in this thesis will serve to validate future numerical models.

**Keywords** : Adhesion, deformation, elasticity, elastomer, friction, contact mechanics, JKR test, texturation of surface.